

Bisphenol A is recovered from a stream containing phenol, water and acetone**Publication number:** DE19851253 (A1)**Also published as:****Publication date:** 2000-05-11 US5874644 (A)**Inventor(s):** GAMMILL BEN [US] +**Applicant(s):** GAMMILL BEN [US] +**Classification:**

- international: C07C39/16; C07C39/00; (IPC1-7): C07C37/20; C07C39/16

- European: C07C39/16

Application number: DE19981051253 19981106**Priority number(s):** DE19981051253 19981106; US19960631865 19960412**Abstract of DE 19851253 (A1)**

A method of forming solids (I) comprising bisphenol A in a stream of bisphenol A and phenol is claimed by (A) removing heat from the stream such that solids of bisphenol a are formed in the stream (B) creating and controlling turbulence in the stream to a selected degree to cause the solids formed to have a mean width exceeding 160 microns and a mean length to width ratio of less than 5:1 whereby the turbulence is controlled to a level below that at which secondary nucleation would occur. AN Independent claims is included for the resulting solids (I) formed.

.....
Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ ⑫ Offenlegungsschrift
⑯ ⑩ DE 198 51 253 A 1

⑮ Int. Cl.⁷:
C 07 C 39/16
C 07 C 37/20

⑯ ⑯ Aktenzeichen: 198 51 253.8
⑯ ⑯ Anmeldetag: 6. 11. 1998
⑯ ⑯ Offenlegungstag: 11. 5. 2000

⑯ ⑯ Anmelder:
Gammill, Ben, Austin, Tex., US
⑯ ⑯ Vertreter:
König & Köster Patentanwälte, 80469 München

⑯ ⑯ Erfinder:
gleich Anmelder

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑯ ⑯ Verfahren und System zur Herstellung von Bisphenol A unter Verwendung von kontrollierter Turbulenz
⑯ ⑯ Verfahren/Systeme zur Herstellung eines verhältnismäßig hochreinen Bisphenol-A-Produkts aus Phenol oder Aceton. Es wird eine kontrollierte Turbulenz dazu verwendet, Bisphenol-A-Adduktfeststoffe mit verbesserten physikalischen Eigenschaften zu bilden. Phenol wird vom Bisphenol-A-Produkt abgetrennt, während die Zersetzung von Bisphenol-A verhindert wird.

DE 198 51 253 A 1

Beschreibung

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

5

1. Gebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft allgemein Verfahren und Systeme zur Herstellung von verhältnismäßig hochreinen Bisphenol-A-Produkten. Mehr im einzelnen, bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung beziehen sich die Verfahren und Systeme auf die Fertigung eines Bisphenol-A-Produkts von wenigstens 99 Gewichtsprozent Reinheit, das gebildet wird, während die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird. Bei einem anderen Ausführungsbeispiel beziehen sich die Verfahren und die Systeme auf die Bildung von Adduktfeststoffen, die Bisphenol A enthalten und ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen. Ein beliebiges der Ausführungsbeispiele kann in Verbindung mit dem anderen Ausführungsbeispiel verwendet werden.

15

2. Beschreibung der im Zusammenhang stehenden Technik

Bisphenol A ("BPA") ist ein wichtiges Ausgangsmaterial bei der Herstellung von Epoxidharzen und Polycarbonatharzen. Bisphenol A kann mittels verschiedener Techniken hergestellt werden, es wird jedoch gewöhnlich in einer säurekatalysierten Kondensationsreaktion von zwei Molen Phenol und einem Mol Aceton erzeugt. Gewöhnlich verwendete Katalysatoren umfassen Salzsäure, eine Mischung aus Schwefelsäure und Salzsäure und eine acide Form eines Ionenaustauschharzes. Ein Sekundärkatalysator kann verwendet werden, um die Reaktion zur Herstellung des p,p-Isomers hin und von der Herstellung des o,p-Isomers und anderer Verunreinigungen fort zu verschieben. In der nachfolgenden Beschreibung soll sich vereinbarungsgemäß der Begriff "Bisphenol A" oder "BPA" auf das p,p-Isomer und nicht auf das o,p-Isomer beziehen, da das o,p-Isomer als Verunreinigung angesehen wird. Ein BPA-Produkt mit einer Reinheit von weniger als etwa 99,5 Prozent ist gewöhnlich zur Herstellung von Polycarbonaten nicht geeignet.

Es ist den Fachleuten wohl bekannt, daß die Exposition von Bisphenol A gegen eine Temperatur, die sich seinem reinen Schmelzpunkt (etwa 157°C) annähert oder diesen überschreitet, zu einer Teilzersetzung von Bisphenol A führen kann, so daß Phenol und Verunreinigungen wie Isopropenylphenol gebildet werden. Isopropenylphenol ist ein hochreaktiver Stoff, der so polymerisiert, daß Farbkörpervorläufer gebildet werden, die oxidiert werden können, um Farbkörper zu werden. Farbkörper sind ein unerwünschter Stoff, der den Gelbfärbungsgrad von Polycarbonatharzen vergrößert. Der Gelbfärbungsgrad ist ein Maß für die Klarheit des Harzes. Die Klarheit des Harzes nimmt zu, wenn der Gelbfärbungsgrad abnimmt. Eine temperaturinduzierte Zersetzung von Bisphenol A verstärkt sich, wenn die molare Phenolkonzentration kleiner als diejenige von Bisphenol A ist, während die Zersetzungsraten zunimmt, wenn die Phenolkonzentration in bezug auf die Bisphenol-A-Konzentration abnimmt. Somit ist es vorteilhaft, die Temperatur unterhalb etwa 150°C in jedem Verfahrensschritt zu halten, wo die Molzahl von vorhandenem Bisphenol A größer als die Molzahl von vorhandenem Phenol ist. Die Zersetzung von Bisphenol A nimmt mit der Zunahme der Zeit zu, die Bisphenol A einer Temperatur oberhalb seines reinen Schmelzpunktes ausgesetzt ist. Die "Wärmegeschichte" bezieht sich auf die Zeitspanne, die das BPA enthaltende Medium Temperaturen über den reinen BPA-Schmelzpunkt hinaus exponiert war, während die Anzahl von vorhandenen Bisphenol-A-Molen größer als die Anzahl von vorhandenen Phenol-Molen ist. Die Fachleute erkennen, daß die Eignung eines Bisphenol-A-Produkts als Ausgangsmaterial zur Erzeugung von Polycarbonaten und anderen ausgewählten Materialien invers mit seiner Wärmegeschichte verbunden ist. Eine signifikante Wärmegeschichte kann das Bisphenol-A-Produkt völlig ungeeignet zur Herstellung von Polycarbonaten und ausgewählten anderen Materialien machen.

Außerdem trägt die Exposition von Bisphenol A gegen Sauerstoff und/oder acide Stoffe zur Katalyse der Zersetzung von Bisphenol A bei. Daher besteht ein Ziel der Praktiker der Technik darin, den Eintritt von Sauerstoff und aciden Stoffen in den Prozeß auf ein Minimum herabzusetzen. Kleine Mengen eines sauren Stoffs und von Sauerstoff sind im Prozeßstrom unvermeidbar zugegen. Praktiker der Technik neigen dazu, Problemen entgegenzutreten, wenn ein Vakuumsystem im Reinigungs- und/oder Wiedergewinnungsprozeß verwendet wird, da ein derartiges System das Lecken von Luft in Prozeßströme fördern kann, wodurch zusätzlicher Sauerstoff für die Bildung von Farbkörperverunreinigungen geliefert wird.

Die Alkoholfarbe wird gewöhnlich als Maß für die Tendenz des zur Herstellung von Epoxidharzen verwendeten Bisphenol-A-Produkts verwendet, die Farbe der Epoxidharze zu verstärken. Wenn die Alkoholfarbe eines BPA-Produkts abnimmt, nimmt die Tendenz des BPA-Produkts zur Verstärkung der Farbe eines Epoxidharzes ab. BPA-Produkte mit einer Alkoholfarbe von mehr als 20 können ungeeignet als Ausgangsmaterial für einige Epoxy-Prozesse sein. Die kaustische Farbe wird gewöhnlich als Maß für die Tendenz des zur Herstellung von Polycarbonatharzen verwendeten Bisphenol-A-Produkts verwendet, den Gelbfärbungsgrad der Harze zu vergrößern. Wenn die kaustische Farbe eines BPA-Produkts abnimmt, nimmt die Tendenz des BPA-Produkts ab, den Gelbfärbungsgrad zu vergrößern. BPA-Produkte mit einer kaustischen Farbe von mehr als 15 neigen dazu, daß sie zur Herstellung von Polycarbonaten mit niedrigen Gelbfärbungsgraden ungeeignet sind.

Bei der Darstellung von Bisphenol A durch die Reaktion von Phenol und Aceton führen die technischen Praktiker gewöhnlich einen Anfangsreinigungsschritt (d. h. den ersten Addukt-kristallisationsschritt) durch, bei dem ein Addukt-feststoff (d. h. Addukt-kristall) gebildet wird, der eine im wesentlichen gleiche Zahl von Molen von Bisphenol A und Phenol aufweist.

Einige Verfahren beziehen sich auf die direkte Wiedergewinnung eines Bisphenol-A-Produkts aus dem BPA-Phenol-Addukt-kristall ohne weitere Zwischenreinigungsschritte. Das Bisphenol-A-Produkt wird dann üblicherweise wiedererwonnen. Häufig umfassen diese Verfahren eine zweite Addukt-kristallisation zur Erzeugung eines Zwischenklassenprodukts aus der Ausgangslauge (d. h. aus dem flüssigen Abfluß beim ersten Addukt-kristallisationsschritt), die nicht die Wirkung hatte, sich bei der ersten Addukt-kristallisation zu verfestigen. Die Zwischenklassenfeststoffe werden dann üb-

DE 198 51 253 A 1

licherweise in den Zuleitungsstrom der ersten Addukt-kristallisationszone zurückgeführt, um die Bisphenol-A-Konzentration im Zuleitungsstrom zu vergrößern und die Bisphenol-A-Menge in bezug auf Verunreinigungen in der ersten Addukt-kristallisationszone zu vergrößern.

Einige Verfahren beziehen sich darauf, den Addukt-kristall zur Bildung einer Schmelze zu schmelzen und dann Phenol aus der Schmelze in einem Fallfilmverdampfer oder einem Dünnfilmverdampfer abzustreifen.

Die oben beschriebenen Verfahren arbeiten üblicherweise in einem Vakuum unter einem Druck von etwa 30–50 Torr und setzen Bisphenol A einer Temperatur von etwa 180–200°C aus. Spurenmengen von Phenol werden dann durch Dampfstrippen bei einer Temperatur von gewöhnlich um 180–200°C entfernt, wobei sie eine als "Rohbisphenol A" bezeichnete Bodensatzschmelze zurücklassen. Das Rohbisphenol A wird dann weiter in einem von Phenol verschiedenen Medium gereinigt, wobei das Medium üblicherweise ein organisches Lösungsmittel ist. Üblicherweise wird das Rohbisphenol A aus dem Medium kristallisiert und dann wird das Bisphenol-A-Produkt gewöhnlich geschmolzen und einer Destillationsprozedur ausgesetzt, um restliches Lösungsmittel aus der Schmelze zu entfernen, bevor ein Bisphenol-A-Produkt wiedergewonnen wird.

Einige Verfahren beziehen sich darauf, die Addukt-kristalle in reinem Phenol wieder aufzulösen und wieder ein Bisphenol-A-Addukt-kristall in einem zweiten Kristallisationsschritt zu extrahieren. Phenol kann dann unter Verwendung eines Fallfilmverdampfers oder eines Dünnfilmverdampfers und eines Dampfstrippers bei Temperaturen wie oben beschrieben entfernt werden. Das verbleibende fertiggestellte Bisphenol A wird dann in einem Sprühkristallisations- oder Flockenbildungsprozeß verfestigt. Derartige Sprühkristallisations- und Flockenbildungsprozesse sind im Stand der Technik wohl bekannt.

Es gibt eine Anzahl von Techniken zur Gewinnung eines ausreichend reinen Bisphenol-A-Produkts zur Verwendung in Polycarbonaten, es wird jedoch angenommen, daß sämtliche derartigen Prozesse, die von den Fachleuten der Technik verwendet werden, Bisphenol A einer Temperatur oberhalb von wenigstens 160°C aussetzen.

Chang et al. (US-Patent Nr. 4 533 764) scheinen ein Verfahren zu offenbaren, das darauf gerichtet ist, "die verbleibenden kleinen Lösungsmittelmengen zu einem Parts-per-million-Pegel zu entfernen", wobei das Lösungsmittel ein "eingeschlossenes Lösungsmittel" ist, das in "aus Lösungsmittelkristallisation hergestelltem" Bisphenol A vorhanden ist. Chang et al. erwähnen Lösungsmittel einschließlich Methanol, Aceton, Methylformiat, Benzol, Toluol, Xylol, 2-Propanol, Chloroform, Methylenechlorid, Ethylendichlorid und Trichlorthan, jedoch wird Phenol nicht als auf den Prozeß von Chang et al. anwendbares Lösungsmittel angegeben.

Imuro et al. (US-Patent Nr. 4 931 146) scheinen einen Prozeß zu offenbaren, um Bisphenol A mit hoher Priorität zu erhalten, indem Phenol aus einem Addukt von Bisphenol A mit Phenol entfernt wird und fortlaufend das Restphenol durch Dampfstrippen entfernt wird, wobei eine Mehrrohrenfüllkörperkolonne als Strippenanlage verwendet wird. Die Methode von Imuro et al. scheint jedoch Bisphenol A hohen Temperaturen (160°–200°C) während der Phenolentfernung auszusetzen.

Jakob et al. (US-Patent Nr. 5 269 887) scheinen ein Verfahren zu offenbaren, bei dem Phenol aus einem BPA-Phenol-Addukt unter Verwendung einer Feststoffphasentrocknung (Sublimation) entfernt wird. Das Verfahren von Jakob et al. verwendet jedoch ein Vakuum. Dieses Vakuum hat die Tendenz, das Lecken von Luft in den Prozeß zu begünstigen. Ein Ziel von Praktikern der Technik besteht darin, die Sauerstoffexposition im System auf ein Minimum herabzusetzen, um die Bildung von Farbkörpern zu vermeiden.

Eine Zahl weiterer Patente scheint darauf gerichtet zu sein, Bisphenol A zu reinigen, einschließlich US-Patent Nr. 4 354 046, US-Patent Nr. 3 673 262, US-Patent Nr. 3 290 391, US-Patent Nr. 3 219 549, US-Patent Nr. 2 791 616, US-Patent Nr. 3 326 986, US-Patent Nr. 3 535 389 und US-Patent Nr. 5 475 152. Es wird angenommen, daß die Lösungsmittel-Extraktionstechniken, die bei vielen dieser Verweissstellen dargestellt werden, gewöhnlich anschließend auf einen Hochtemperatur-Destillationsschritt ausgeführt werden, bei dem ein Rohbisphenol-A-Produkt erhalten wird. Es wird angenommen, daß derartige Extraktionstechniken allein unzureichend sind, ein Bisphenol-A-Produkt mit zweckmäßiger Reinheit zur Verwendung in Polycarbonatharzen herzustellen.

Sämtliche der oben erwähnten Patente werden hierin durch Bezugnahme aufgenommen.

Addukt-feststoffe von Bisphenol A haben eine natürliche Tendenz, zu einer langen, schlanken Form zu wachsen. Praktiker des Standes der Technik stellen üblicherweise Bisphenol-A-Feststoffe mit einem Längen-zu-Breiten-Verhältnis von wenigstens 5 : 1 her. Bei der Zubereitung von Addukt-feststoffen, die Bisphenol A enthalten, wird die Bildung von "kurzen", "fetten", robusten Feststoffen mit dem geringstmöglichen Längen-zu-Breiten-Verhältnis bevorzugt, um die Bildung eines stabilen und porösen Kuchens während der Gewinnung der Feststoffe zu gestatten. Wenn die Porosität des Feststoffkuchens zunimmt, nimmt der Kuchenwaschwirkungsgrad zu und die Flüssigkeitserfassungseigenschaften des Kuchens sind verstärkt. Praktiker in der Technik zielen darauf ab, eine sanfte Umgebung für die Verfestigung zu schaffen, um ein Brechen der Feststoffe zu verhindern. Außerdem vermeidet eine sanfte Umgebung Turbulenz, die zur Herbeiführung einer sekundären Nukleierung führen kann. Eine sekundäre Nukleierung hat die Tendenz, zur Bildung von "Feinstkornfraktionen" zu führen. "Feinstkornfraktionen" sind verhältnismäßig kleine (z. B. kleiner als 20 µm Durchschnittsbreite) unerwünschte Feststoffe, die die Bildung eines festen, kompakten Kuchens mit schlechten Flüssigkeitserfassungs- und Wascheigenschaften begünstigen. Feste, kompakte Kuchen haben ein großes Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis und haben die Tendenz, übermäßige Flüssigkeitsmengen zu halten. Praktiker zielen darauf ab, größere Feststoffkörper zu erzeugen, um die Kompaktierung des gewonnenen Feststoffkuchens zu verhindern. Um die Bildung größerer Feststoffe zu erreichen, halten Praktiker der Technik eine niedrige Stromgeschwindigkeit in ihren Kristallisatoren bei, um Turbulenz und Brechen der gebildeten Feststoffe zu verhindern. Außerdem entfernen einige Praktiker der Technik Aceton und Wasser aus der Zusammensetzung, aus der der BPA-Phenol-Addukt-feststoff gebildet wird. Aceton und Wasser werden aus der Zusammensetzung vor ihrer Einführung in eine Verfestigungseinheit entfernt, wo der Addukt-feststoff gebildet wird. Eine Wirkung der Entfernung von Aceton und Wasser ist eine signifikante Zunahme der Viskosität der Zusammensetzung, die die Bildung von Turbulenz in der Verfestigungseinheit verhindert.

DE 198 51 253 A 1

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung betrifft die Herstellung eines Bisphenol-A-Produkts mit mehr als etwa 99 Gewichtsprozent Reinheit, das in einem Prozeß gebildet wird, wobei eine Zersetzung des Bisphenols A verhindert wird.

5 Phenol und Aceton können zu einer Reaktion gebracht werden, was zu einem Reaktorabfluß führt, der Bisphenol A, Phenol, nicht reagiertes Aceton und durch die Reaktion erzeugtes Wasser umfaßt. Der Abfluß kann zu einem ersten Verfestigungssystem und dann zu einem ersten Wiedergewinnungssystem gerichtet sein, wo ein Feststoff (z. B. Addukt) von Bisphenol A und Phenol erhalten wird. Wasser (z. B. Flüssigkeit oder Dampf) kann zu dem Addukt zugegeben werden, um eine Adduktlösung mit einem niedrigeren Schmelzpunkt als dem Adduktfeststoff zu bilden. Der Adduktfeststoff 10 kann geschmolzen sein, bevor Wasser zugegeben wird. Phenol kann aus der Adduktlösung in einer Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C entfernt werden, um die Zersetzung von Bisphenol A zu Farbkörpervorläufen zu verhindern. Der Druck der Kolonne ist vorzugsweise größer als Atmosphärendruck, um ein Lecken von Luft in das System zu verhindern, die im System vorhandene beliebige Farbkörpervorläufer oxidieren kann. Der Kolonnenbodenproduktstrom enthält vorzugsweise weniger als etwa 1 Gewichtsprozent Phenol und wenigstens ein Teil von ihm ist vorzugsweise zu einem zweiten Verfestigungssystem und zweiten Wiedergewinnungssystem gerichtet, wo ein Bisphenol-A-Produkt erhalten wird, das wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A enthält.

15

Ein anderes Ausführungsbeispiel der Erfindung betrifft die Bildung von "Feststoffen", die Bisphenol A enthalten und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als 5 : 1 haben. Es soll hierbei verstanden werden, daß "Feststoffe" sich auf nützliche, Anwachsfeststoffe wie Kristalle und dergleichen bezieht. Phenol und Aceton können zur Reaktion gebracht werden, was zu einem Reaktorabfluß führt, der Bisphenol A, Phenol, nicht reagiertes Aceton und bei der Reaktion erzeugtes Wasser einschließt. Der Abfluß kann durch eine Verfestigungskammer durchgeführt werden. Die Turbulenz der Strömung in der Kammer wird vorzugsweise überwacht. Die Turbulenz des Stroms wird auch kontrolliert, um eine ausreichend turbulente Strömung zuzulassen, um erste Feststoffe zur Initiierung der Bildung der zweiten Feststoffe mit einem Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 zuzulassen. Die Turbulenz kann auch kontrolliert werden, um zu hemmen oder zu verhindern: (a) daß durch die Turbulenz eine wesentliche sekundäre Nukleierung induziert wird, (b) eine Verschmutzungsrate einer Kühlfläche eine spezifizierte Rate übersteigt, und/oder (c) die Bildung von Feinstfraktionen. Ein Teil des Stroms tritt vorzugsweise aus der Kammer in ein Wiedergewinnungssystem aus, wo das Feststoffprodukt vorzugsweise abgetrennt und gewaschen wird. Der Teil des Stroms, der nicht als Feststoffprodukt wiedergewonnen wird, wird vorzugsweise zu einer Trockenkolonne geführt, wo Aceton und Wasser entfernt werden. Die Trockenkolonne befindet sich vorzugsweise stromabwärts des ersten Verfestigungssystems, so daß die Viskosität des Reaktorabflusses nicht vor der Einführung des Abflusses in die Verfestigungskammer erhöht wird.

20

25

30

Die oben erwähnten Ausführungsbeispiele können in Kombination miteinander verwendet werden. Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel kann das oben erwähnte verbesserte Verfestigungsverfahren verwendet werden, um das BPA-Phenoladdukt bei dem oben erwähnten Verfahren zur Herstellung eines Bisphenol-A-Produkts mit wenigstens einer Reinheit von 99 Gewichtsprozent herzustellen, während die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird.

Ein Vorteil eines Ausführungsbeispiels der Erfindung besteht darin, daß es zur Herstellung eines Bisphenol-A-Produkts mit wenigstens 99 Gewichtsprozent Bisphenol A verwendet werden kann, das keine Wärmegeschichte hat.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß sie dazu verwendet werden kann, den Schmelzpunkt eines BPA-Phenol-Adduktfeststoffes zu verringern, was die Entfernung von Phenol in einer Kolonne bei einem Druck von wenigstens Atmosphärendruck und bei einer niedrigeren Temperatur gestattet, als es bei herkömmlichen Prozessen möglich ist.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung betrifft die Verbesserung der physikalischen Eigenschaften von Bisphenol-A-Adduktfeststoffen.

Ein noch weiterer Vorteil der Erfindung betrifft die Verringerung der Verschmutzungsrate bei einem Bisphenol-A-Verfestigungssystem zur Verbesserung der Produktionskapazität des Systems.

Ein noch weiterer Vorteil der Erfindung betrifft die Beibehaltung einer günstigen Stromviskosität, um die Erzeugung eines ausgewählten kontrollierten Turbulenzausmaßes in einem Bisphenol-A-Verfestigungssystem zu erleichtern.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung betrifft die Verringerung der Konzentration von Spurensäuren und Chloriden in einer Adduktlösung mit einem Anionenaustauschharz.

Ein noch weiterer Vorteil der Erfindung ist darauf gerichtet, das Vorhandensein von Feinstpartikeln in einer Bisphenol-A-Verfestigungseinheit auszuschalten, ohne Wärme zum System zuzugeben.

Weitere Vorteile und neue Merkmale sind in der folgenden detaillierten Beschreibung gegeben und werden für die Fachleute offensichtlich.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

- 55 **Fig. 1** ist ein Flußdiagramm, das verschiedene Ausführungsbeispiele der Erfindung veranschaulicht.
Fig. 1A zeigt alternative Ausführungsbeispiele von Trocknern.
Fig. 1B zeigt alternative Ausführungsbeispiele von Kristallisatoren in einem zweiten Verfestigungssystem.
Fig. 1C zeigt alternative Ausführungsbeispiele eines ersten Wiedergewinnungssystems **40**.
- 60 **Fig. 2** ist ein schematisches Diagramm eines Ausführungsbeispiels eines Verfestigungssystems.
Fig. 3 ist ein schematisches Diagramm eines weiteren Ausführungsbeispiels eines Verfestigungssystems.
Fig. 4 ist ein schematisches Diagramm eines Ausführungsbeispiels einer Kolonne.
Fig. 5 ist ein schematisches Diagramm eines Ausführungsbeispiels einer Pumpe.
Fig. 6 ist ein schematisches Diagramm eines weiteren Ausführungsbeispiels einer Pumpe.
65 **Fig. 7** ist eine kumulative Volumen/Gewichtsdarstellung für verschiedene Feststoffe (Kristalle), die in einer Anlage in Indien hergestellt worden sind.

DE 198 51 253 A 1

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG

Diese Erfindung betrifft allgemein Verfahren, Systeme und Vorrichtungen zur Herstellung eines verhältnismäßig hochreinen Bisphenol-A-Produkts.

Bezug nehmend auf **Fig. 1**, in einem Ausführungsbeispiel wird eine Mischung **1** aus Phenol und Aceton in einen Reaktor **10** eingeführt. Die Mischung **1** kann vorzugsweise bei einer Temperatur im Bereich von etwa 60°C bis etwa 65°C liegen. Die Mischung **1** kann in ein Reaktorsystem eingeführt werden, das mehr als einen Reaktor **10** einschließt, und die Reaktoren können parallel, in Reihe oder in parallelen Straßen angeordnet sein, wobei die Straßen in Reihe angeschlossene Reaktoren einschließen.

Der Reaktor **10** enthält vorzugsweise einen Ionenaustausch (z. B. Kationen)-Harzkatalysator in der Form von Kügelchen, obwohl die Reaktion von Phenol und Aceton zur Herstellung von Bisphenol A durch verschiedene andere im Stand der Technik wohl bekannte Katalysatoren ausgeführt werden kann. Ein Ionenaustauschharz **13** kann eine signifikante Menge an Farbkörpern und anderen Verunreinigungen absorbieren. Wasser kann auch durch das Harz **13** absorbiert werden, was dazu führt, daß es quillt und Mengen an Farbkörpern und anderen Verunreinigungen in den Prozeßstrom überträgt. Die in den Reaktor **10** in der Mischung **1** eintretende Wassermenge wird vorzugsweise auf ein Minimum herabgesetzt, da während der Reaktion von Phenol und Aceton eine zusätzliche Wassermenge gebildet wird. Bei einem Ausführungsbeispiel enthält die Mischung **1** vorzugsweise weniger als 0,1 Gewichtsprozent Wasser. Die Reaktion von Phenol und Aceton ist exotherm, jedoch wird der Reaktor **10** vorzugsweise so betrieben, daß die während der Reaktion erzeugte Wärme bewirkt, daß der Reaktorabfluß bei einer Temperatur unterhalb von etwa 75°C herauskommt. Wenn der Reaktorabfluß **12** bei einer Temperatur von mehr als etwa 75°C liegt, kann ein Kühler **11** benötigt werden, um den Abfluß zu kühlen, um eine wirksame Funktion des ersten Verfestigungssystems **20** zu gestatten. Bei einem Ausführungsbeispiel strömt die Mischung **1** vertikal durch den Reaktor in einer Richtung vom Boden des Reaktors aus zum oberen Ende des Reaktors. Aceton wird vorzugsweise in einem leichten stöchiometrischen Überschuß von im Reaktor **10** gebildeten Bisphenol A gehalten, um die Bildung zusätzlicher Verunreinigungen zu verhindern, wodurch eine entsprechende Verringerung bei der BPA-Bildung verhindert wird. Der Reaktorabfluß **12** umfaßt Bisphenol A, Phenol und vorzugsweise weniger als etwa 3 Gewichtsprozent (und mehr bevorzugt weniger als etwa 1 Gewichtsprozent) jeweils von Wasser und Aceton.

Praktiker des Standes der Technik zweigen zu Reinigungszwecken gewöhnlich wenigstens einen Teil von schweren Prozeßverunreinigungen ab, wenn sie einen vorbestimmten Pegel im Reaktor **10** erreichen oder überschreiten. Der Abzweigstrom wird gewöhnlich aus einem Strom abgezogen, der zu den Reaktoren zurückgeführt wird. Bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung wird es gestattet, daß sich der Verunreinigungspegel aufbaut, bis er einen Gleichgewichtspegel erreicht oder überschreitet. Der Gleichgewichts-Verunreinigungspegel wird erreicht, wenn etwa 1 Teil Verunreinigungen für eine Menge von Bisphenol A zwischen etwa 1,4 und 2,0 Teilen vorhanden ist. Während der Verunreinigungspegel bei dem Gleichgewichtspegel liegt oder diesen überschreitet, werden wenige oder keine neuen Verunreinigungen im Reaktor gebildet. Der Verunreinigungspegel kann sich dem Gleichgewichtspegel annähern, wenn sich Verunreinigungen wieder zur Bildung von BPA anordnen, und der Verunreinigungspegel kann unter den Gleichgewichtspegel fallen, wenn Verunreinigungen den Prozeß in einem Bisphenol-A-Produkt verlassen. Eine verhältnismäßig kleine Menge neuer Verunreinigungen kann sich bilden, um die Verunreinigungen zu ersetzen, die sich wieder angeordnet haben, um BPA zu bilden, oder die den Prozeß in einem BPA-Produkt verlassen haben. Das Ionenaustauschharz **13** ist vorzugsweise in der Lage, Verunreinigungen während einer erheblichen Zeitperiode zu absorbieren, bevor eine Regeneration oder ein Austausch des Harzes erforderlich ist. Bei einem Ausführungsbeispiel erfolgt das Abzweigen von Verunreinigungen zu Reinigungszwecken und der Austausch oder die Regeneration des Ionenaustauschharzes jeweils einmal pro Betriebsjahr. Ein weniger häufiges Reinigen, als es bei herkömmlichen Verfahren ausgeführt wird, verringert die Menge von gebildeten Verunreinigungen wesentlich, wobei es von daher die Masse an Verunreinigungen verringert, die behandelt werden müssen. Außerdem führt eine Verringerung der gebildeten Masse von Verunreinigungen dazu, daß die Masse des BPA-Produkts vergrößert wird, die pro Einheitsmasse der Mischung **1** erzeugt werden kann.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird der Reaktorabfluß **12** zu einem ersten Verfestigungssystem **20** gerichtet. Eine Anzahl von Ausführungsbeispielen des Verfestigungssystems **20** ist in **Fig. 2** und **Fig. 3** veranschaulicht. Das Verfestigungssystem **20** umfaßt vorzugsweise eine Verfestigungskammer **21**, innerhalb von der der Strom **34** im wesentlichen fortlaufend geröhrt, geschüttelt oder umgewälzt wird. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt die Verfestigungskammer eine Leitungsschleife. Eine derartige Verfestigungskammer (z. B. Leitungsschleife), die auf Verfahren der vorliegenden Erfindung anwendbar ist, kann von Messo-Chemietechnik in Duisburg, Deutschland bezogen werden. Innerhalb der Verfestigungskammer befindet sich eine Verfestigungszone, ein Bereich, wo sich Feststoffe im Strom **34** bilden können.

Die Verfestigungszone tritt auf, wo der Strom **34** mit Bisphenol A "übersättigt" ist. Eine "Übersättigung" des Stroms **34** mit Bisphenol A bedeutet, daß im Strom **34** ein Überschuß an Bisphenol A vorhanden ist derart, daß sich nicht sämtliches vorhandene Bisphenol A im Strom **34** auflösen kann. Eine Übersättigung bedeutet allgemein, daß sich der Strom unterhalb seines "Trübungspunktes" in bezug auf Bisphenol A befindet. Wenn die Temperatur des Stroms **34** abgesenkt wird, nimmt dann die Lösbarkeit von Bisphenol A im Strom ab. Der "Trübungspunkt" eines Stroms ist die Temperatur, bei der die Bildung von Feststoffen im Strom als erstes optisch beobachtet werden kann.

Die Bildung von Feststoffen im Strom **34** hört dann ohne Übersättigung auf. Als solches hört dann die Bildung von Feststoffen im Strom **34** auf, wenn sich eine Menge von Bisphenol A verfestigt und bewirkt, daß die Konzentration von Bisphenol A in der Fluidphase unterhalb einen Konzentrationsbereich abfällt, der für die Übersättigung erforderlich ist.

Die Bildung von Feststoffen hört auch auf, wenn die Stromtemperatur über den Trübungspunkt ansteigt. Ein derartiger Temperaturanstieg kann auf Wärme beruhen, die durch die Verfestigung und/oder die Einstromung einer Zuleitung bei einer Temperatur oberhalb des Trübungspunktes erzeugt wird. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt die Verfestigungszone im wesentlichen sämtliche Stellen, wo der Strom **34** in der Verfestigungskammer **21a** vorhanden ist. Bei einem Ausführungsbeispiel hat die Verfestigungskammer **21b** eine ausreichende Länge, um es zu gestatten, daß der Strom **34** im wesentlichen auf den Pegel der Bisphenol-A-Sättigung in der Leitungsschleife bei der Stelle **22** fällt, die sich unmittelbar davor befindet, wo die Zuleitung als erstes in das Verfestigungssystem **20** durch die Zuführungsleitung **28** eintritt.

DE 198 51 253 A 1

Praktiker der Technik zielen gewöhnlich darauf ab, eine Bisphenol-A-Konzentration unterhalb etwa 20 Gewichtsprozent im Zuleitungsstrom zum Verfestigungssystem 20 beizubehalten. Bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung umfaßt der Zuleitungsstrom zum Verfestigungssystem 20 jedoch etwa 30 Gewichtsprozent Bisphenol A, etwa 50 Gewichtsprozent Phenol und etwa 20 Gewichtsprozent Verunreinigungen. Die Verfahren der vorliegenden Erfindung gestatten die

- 5 Bildung einer ausreichenden Menge an Feststoffen mit einer geeigneten Form, wobei die Zuführungs zusammensetzungen verwendet werden, die oben beschrieben worden sind, sowie viele andere Zuführungs zusammensetzungen.

Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt ein Kühl system 23b eine Kühlfläche 24b und wird innerhalb der Verfestigungskammer verwendet, um Wärme aus der Kammer abzuführen derart, daß die Temperatur des Stroms 34 in der Verfestigungszone innerhalb eines vorbestimmten Bereichs (d. h. zwischen etwa 40°C und etwa 55°C) kontrolliert wird. Bei

- 10 einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Kühl system 23b einen Röhrenwärmetauscher und der Strom 34 fließt vorzugsweise durch die Rohre 132 des Austauschers, wobei ein Kühlfluid durch die Mantelseite strömt. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Verfestigungssystem 21a vorzugsweise einen Behälter 175 mit einer Kühlfläche 24a (die z. B. auf einer Kühl schlange 171 liegt), die sich innerhalb des Behälters befindet. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Verfestigungssystem 21a einen Behälter mit einer Kühlfläche 24a (die sich z. B. auf einer Kühl schlange 176 befindet),

- 15 die auf der Außenseite des Behälters liegt. Bei jedem der obigen Ausführungsbeispiele ist das Kühlfluid vorzugsweise Wasser, obwohl eine beliebige aus einer Anzahl von Kühlfluiden verwendet werden kann. Eine Anzahl weiterer Kühl systeme kann innerhalb des Verfestigungssystems 20 verwendet werden. Vorzugsweise wird der Strom 34 bei einer Temperatur oberhalb von 40°C gehalten, um das Gefrieren von Phenol zu verhindern, das einen reinen Schmelzpunkt bei etwa 41°C aufweist.

- 20 Einige Praktiker entfernen einen signifikanten Teil des Wassers und Acetons im Reaktorabfluß 12 vor dem Eintreten des Abflusses in die Verfestigungskammer 21. Die Entfernung von Wasser und Aceton aus dem Strom vergrößert die Viskosität des Stroms und verringert die Lösbarkeit des Bisphenols A im Abfluß 12. Von daher haben Verfestigungskühlerfordernisse die Tendenz abzunehmen.

- Bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung bleiben jedoch Wasser und Aceton vorzugsweise im Abfluß 12, wenn er in das erste Verfestigungssystem 20 eintritt. Bisphenol A ist im Abfluß 12 vor der Entfernung von Wasser und Aceton aus dem Abfluß löslicher. Daher kann die Trübungspunkttemperatur des Abflusses 12 verringert werden, indem das Wasser und das Aceton im Abfluß 12 bleiben. Praktiker suchen gewöhnlich, die für die Verfestigung benötigte Kühlmenge auf ein Minimum herabzusetzen, jedoch kann eine zusätzliche Kühlung für die Verfestigung benötigt werden, wenn es gestattet wird, daß Aceton und Wasser im Abfluß 12 bleiben. Das Vorhandensein von Aceton und Wasser im Strom 34 verringert seine Viskosität, liefert jedoch Vorteile wie untenstehend beschrieben.

- 25 Die Turbulenz des Stroms 34 wird kontrolliert, wenn er durch die Kammer 21 durchtritt. Ein signifikantes Ausführungsbeispiel der Erfindung bezieht sich darauf, daß die Turbulenz im Strom 34 erzielt und kontrolliert wird, um einen ausgewählten Pegel der turbulenten Strömung zu erreichen, der ausreichend ist, einen Teil der Feststoffe im Strom zu brechen oder zu fragmentieren. Bei einem Ausführungsbeispiel kontrolliert ein Antriebssystem 141b die Geschwindigkeit des Stroms 34, so daß Turbulenz im Strom erzeugt wird, wenn er durch die Kammer 21b durchtritt. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Turbulenz im Strom 34 erzeugt und kontrolliert, wenn er durch die Kammer 21a durchtritt, wobei ein Antriebssystem 141a verwendet wird. Turbulenz tritt im Strom 34 vorzugsweise auf, wenn der Strom die Kühlfläche 24a/24b kontaktiert. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Turbulenz erzeugt und im Strom 34 kontrolliert, wenn er in den Rohren 132 eines Kühl systems 23b durchtritt. Bei einem anderen Ausführungsbeispiel wird Turbulenz erzeugt und

- 40 im Strom 34 kontrolliert, wenn er über die Schlange 171 in der Verfestigungskammer 21a durchtritt. Bei einem noch weiteren Ausführungsbeispiel wird Turbulenz erzeugt und im Strom 34 kontrolliert, wenn er die Kühlfläche 24a sowohl der Schlange 171 als auch der Schlange 176 kontaktiert.

- Es wird angenommen, daß die Erzeugung und Kontrolle von Turbulenz auf die oben beschriebene Weise herkömmlicher Einsicht entgegengesetzt ist. Praktiker zielen gewöhnlich darauf ab zu verhindern, daß sich Feststoffe fragmentieren, um die Bildung größerer Feststoffkörper zu gestatten. Das Verfahren der vorliegenden Erfindung bezieht sich jedoch darauf, einen Teil der Feststoffe in der Kammer 21 zu fragmentieren, der als "erste Feststoffe" bekannt ist. "Erste Feststoffe" sind Feststoffe, die aufgrund ihres verhältnismäßig großen Längen-zu-Breiten-Verhältnisses (z. B. üblicherweise 6 : 1, 8 : 1 oder größer) eine Tendenz zur Fragmentierung aufweisen, wenn sie der in der Kammer 21 erzeugten kontrollierten Turbulenz ausgesetzt werden. Das verhältnismäßig große Längen-zu-Breiten-Verhältnis verleiht den ersten Feststoffen eine geringe Balkenfestigkeit, was sie für ein Brechen in einer Richtung parallel zu ihrer Breite empfänglich macht. Die ersten Feststoffe sind unerwünscht, da sie in kleinere Partikel fragmentieren, wenn sie den Zentrifugalkräften herkömmlicher Feststoff-Flüssigkeitsseparatoren ausgesetzt werden. Als solche begünstigen die ersten Feststoffe das Zusammenfallen des wiedergewonnenen Feststoffkuchens, was zu einem dichten Kuchen mit verringerten Wasch- und Flüssigkeitseigenschaften führt. Die ersten Feststoffe können verhältnismäßig große Feststoffkörper und/oder verhältnismäßig kleine Feststoffkörper umfassen, da ein Schlüsselmerkmal, das zum Zusammenfallen eines wieder gewonnenen Feststoffkuchens beiträgt, die Form (z. B. Längen-zu-Breiten-Verhältnis) der Feststoffe innerhalb des Kuchens ist.

- 55 "Zweite Feststoffe" sind Feststoffe, die aufgrund ihres verhältnismäßig geringen Längen-zu-Breiten-Verhältnisses eine stärkere Tendenz haben, einem Zerbrechen zu widerstehen, wenn sie der Turbulenz in der Kammer 21 ausgesetzt werden. Bei einem Ausführungsbeispiel wird die Geschwindigkeit und/oder das Rühren des Stromes 34 so eingestellt, daß eine kontrollierte Turbulenz erzielt wird derart, daß die ersten Feststoffe fragmentieren, während die zweiten Feststoffe intakt bleiben. Die ersten Feststoffe können wiederholt fragmentiert werden, bis die zweiten Feststoffe aus den Fragmenten erzeugt werden. Die gewählten zweiten Feststoffe können sich in der Kammer 21 weiter entwickeln, wobei ihr maximales Gesamtwachstum die Tendenz hat, von ihrer Breite abhängig zu sein, da sie zum Zerbrechen neigen, wenn ihre Länge ein gewisses Vielfaches ihrer Breite überschreitet.

60 Das genaue Längen-zu-Breiten-Verhältnis, bei dem das Zerbrechen zum Auftreten neigt, hängt von einer Anzahl von Systemfaktoren ab, die im folgenden erörtert werden. Die Bildung einer übermäßigen Menge der ersten Feststoffe zu jeglicher Zeit in der Kammer 21 wird vorzugsweise durch das konstante Beibehalten einer kontrollierten Turbulenz in der

DE 198 51 253 A 1

Kammer **21** verhindert, wobei die Turbulenz vorzugsweise wenigstens an Stellen nahe der Kühlfläche **24** auftritt. Bei einem Ausführungsbeispiel wird die Turbulenz in der Kammer **21** derart gesteuert, daß die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von größer als etwa 5 : 1 aufweisen und die zweiten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen. Bei einem bevorzugteren Ausführungsbeispiel wird die Turbulenz derart gesteuert, daß die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von größer als etwa 3 : 1 aufweisen und die zweiten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 3 : 1 aufweisen. Bei einem noch weiter bevorzugten Ausführungsbeispiel wird die Turbulenz derart gesteuert, daß die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von größer als etwa 2 : 1 aufweisen und die zweiten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 2 : 1 aufweisen.

Die Vergrößerung des Pegels der kontrollierten Turbulenz hat die Tendenz zur Vergrößerung der Wärmeübertragung vom Strom **34** zu den Kühlflächen **24a/24b**, wodurch die Temperaturdifferenz zwischen dem Kühlmedium im Kühlsystem **23a/23b** und Strom **34** verringert wird. Die verringerte Temperaturdifferenz verringert die Bildung von Feststoffen auf den Kühlflächen **24a/24b**, verringert die Rate des "Verschmutzens" auf den Kühlflächen und die Häufigkeit, mit der die Kammer **21a/21b** stillgelegt werden muß, um Feststoffe von den Kühlflächen und/oder Wänden der Kammer zu schmelzen. "Verschmutzen" ist die Ablagerung von Material auf einer Wärmeübertragungsfläche. Derartiges Material hat die Tendenz, daß es eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweist und einen Wärmeübertragungswiderstand liefert, wodurch der Wirkungsgrad der Wärmeübertragung zur Wärmeübertragungsfläche oder von dieser fort verringert wird. Wenn der Pegel der Verschmutzung einen vorbestimmten Pegel erreicht, muß das System **20** abgestellt werden, um Ablagerungen von den Kühlflächen **24a/24b** zu entfernen. Derartige Abschaltungen verringern die Jahresproduktion der Kammer **21a/21b**, von daher führt eine Verringerung der Verschmutzungsrate auf den Kühlflächen **24a/24b** zur Vergrößerung der Produktionskapazität der Kammer **21a/21b**.

Bei einem Ausführungsbeispiel ist das System dazu geeignet, die Druckdifferenz bei verschiedenen Zeitintervallen zwischen Stellen in der Verflüssigungszone zu bestimmen. Derartige Druckdifferenzen können dazu verwendet werden, die Verschmutzungsrate auf den Kühlflächen abzuschätzen, so daß die Turbulenz des Stroms **34** entsprechend eingestellt werden kann. Das System kann eine beliebige Anzahl im Stand der Technik wohl bekannten Druckmessern und fakultativ einen über elektronische Leitungen mit derartigen Druckmessern verbundenen programmierbaren Rechner umfassen.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein kontrollierter Turbulenzpegel beibehalten, um die Verschmutzungsrate auf der Kühlfläche **24a** zu verhindern derart, daß die Kammer **21a** etwa alle 60 Stunden abgestellt wird, um Ablagerungen von der Kühlfläche zu entfernen. Eine derartige Abschaltfrequenz ist eine Verbesserung gegenüber ähnlichen herkömmlichen Verfestigungskammern, die alle 6 Stunden abgeschaltet werden müssen. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Dampf durch die Schlanze **171** und Schlanze **176** etwa 30 Minuten während des Abschaltens der Kammer **21a** durchgeführt, um Ablagerungen von der Kühlfläche **24a** zu entfernen. Bei einem Ausführungsbeispiel bleiben die entfernten Ablagerungen vorzugsweise in der Kammer **21a** und dienen dazu, eine Feststoffbildung zu initiieren, sobald die Kammer **21a** wieder gestartet wird.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein kontrollierter Turbulenzpegel beibehalten, um die Verschmutzungsrate auf der Kühlfläche **24b** zu verhindern derart, daß die Kammer **21b** alle 2–20 Tage abgestellt wird, um Ablagerungen von der Kühlfläche zu entfernen. Unterschiedliche Systeme können einmal alle 3–5 oder 6–10 Tage abgeschaltet werden. Bei einem Ausführungsbeispiel wird der Strom **34** auf eine Temperatur unterhalb etwa 135°C in der Kammer **21b** für etwa 30–45 Minuten erwärmt, um Ablagerungen von der Kühlfläche **24b** zu entfernen. Die genaue Temperatur, auf die der Strom **34** angehoben wird, sollte empirisch bestimmt werden. Die Temperatur sollte nicht zu hoch angehoben werden, so daß der Strom **34** aufgrund thermischer Effekte um die Kammer **21b** zirkuliert. Der Pegel des Stroms **34** in der Kammer **21b** ist vorzugsweise ausreichend niedrig, um ein Überlaufen des Stroms **34** durch die Leitung **27** aufgrund einer Ausdehnung des Stroms zu verhindern. Der Pegel des Stroms **34** in der Kammer **21b** ist vorzugsweise ausreichend hoch, um Rohre **132** in den Strom einzutauchen, um ein teilweises Schmelzen der Ablagerungen auf den Rohren **132** zu verhindern. Wenn dieses teilweise Schmelzen auftritt, kann Phenol aus den Ablagerungen freigesetzt werden, was eine reine Bisphenol-A-Ablagerung auf den Rohren **132** zurückläßt. Die Entfernung einer reinen Bisphenol-A-Ablagerung von den Rohren **132** würde das Anheben der Temperatur des Stroms **34** über etwa 157°C erforderlich machen, was dazu beitragen würde, eine Zersetzung des Bisphenols A herbeizuführen. Bei einem Ausführungsbeispiel bleiben die entfernten Ablagerungen vorzugsweise in der Kammer **21b** und dienen zur Initiierung der Feststoffbildung, sobald die Kammer **21b** wieder gestartet wird.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird die Temperatur des Stroms **34** in der Kammer **21** allmählich auf etwa 60°C verringert, um die Bildung von Feststoffen zu initiieren.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird die Temperaturdifferenz zwischen dem Strom **34** und dem Kühlmedium, das die Kühlflächen **24a/24b** kontaktiert, überwacht, um die Verschmutzung auf den Kühlflächen **24a/24b** zu bestimmen. Das Verschmutzungsausmaß neigt dazu, direkt proportional zur Zunahme der Temperaturdifferenz zwischen dem Strom **34** und dem Kühlmedium für ein ausgewähltes Wärmeübertragungsausmaß zu sein. Somit trägt die Temperaturdifferenz zwischen dem Strom **34** und dem Kühlmedium, das zur Kühlung des Stroms **34** auf eine ausgewählte Temperatur benötigt wird, zur Erhöhung mit der Zeit bei, wenn das Verschmutzungsausmaß auf der Kühlfläche **24a/24b** zunimmt. Bei einem Ausführungsbeispiel wird der kontrollierte Turbulenzpegel abhängig von der Temperaturdifferenz zwischen dem Kühlmedium und dem Strom **34** eingestellt.

"Primäre Nukleierung" ist die Bildung von Feststoffen in einem Strom, die aufgrund des Übersättigungspegels eines Stromes fortschreitet. Die primäre Nukleierung ist vorzuziehen, da sie es gestattet, daß die Bildung und das Aufwachsen der Feststoffe auf ordentliche Weise auftreten. Bei übermäßigen Turbulenzpegen kann eine "sekundäre Nukleierung" und/oder "spontane Nukleierung" induziert werden und zusätzliche Stellen können für die Initiierung der Feststoffbildung verfügbar werden. "Sekundäre Nukleierung" ist die Bildung von Feststoffen aufgrund von Spannungen, die in einem übersättigten Strom vorhanden sind. Derartige Spannungen umfassen Scherspannungen, Stoßspannungen und/oder Kavitationsspannungen. Die sekundäre Nukleierung ist unerwünscht, da sie die Bildung von zahlreichen Feinstpartikeln begünstigt, was zusätzliche Stellen und Oberfläche für das Anwachsen von Bisphenol-A-Feststoffen liefert. Das Ergebnis

DE 198 51 253 A 1

nis ist die Erzeugung von Feststoffen bei einer größeren Anzahl kleinerer Stellen, was die Größenverteilung der gebildeten Feststoffe nachteilig beeinträchtigt. Die mittlere Größe der Feststoffe neigt dann dazu, sich zu verkleinern. Die "spontane Nukleierung" ist ernster als die sekundäre Nukleierung und ist durch die Bildung einer vergrößerten Menge an Feinstpartikeln charakterisiert, wobei das meiste eines gelösten Feststoffes (Bisphenol A), der im Strom enthalten ist, 5 sich zur Bildung von Feinstpartikeln verfestigt. Die spontane Nukleierung kann induziert werden durch (a) extreme Turbulenzpegel in einem Strom, (b) wenn die Temperatur des Stroms zu weit unterhalb des Trübungspunktes fällt, (c) oder eine Kombination davon. Die Turbulenz und/oder Temperatur des Stroms **34** sollte kontrolliert werden, um eine Induktion von signifikanter Sekundärnukleierung und/oder spontaner Nukleierung durch die Turbulenz zu verhindern. Bei einem Ausführungsbeispiel wird die Geschwindigkeit und/oder das Röhren des Stroms **34** gesteuert, um einen möglichst 10 großen Turbulenzpegel ohne die Induktion einer signifikanten sekundären oder spontanen Nukleierung zu erhalten.

Die optimale Turbulenz, die zur Erzielung ausgewählter physikalischer Eigenschaften der im Strom **34** gebildeten Feststoffe benötigt wird, kann sich unter Ausführungsbeispielen der Erfindung ändern. Die optimale Turbulenz hängt von verschiedenen Systemfaktoren ab, einschließlich: (1) der Form der Verfestigungskammer **21**, (2) den Eigenschaften jeglicher Pumpen oder Rührer, die in der Verfestigungskammer **21** verwendet werden, (3) der Zusammensetzung und 15 Temperatur des Stroms **34**, (4) dem Ausmaß der Übersättigung von Bisphenol A im Strom **34**, (5) der Viskosität des Stroms **34** und (6) der Dichte der gebildeten Feststoffe. Bei einem Ausführungsbeispiel wird die optimale Turbulenz empirisch auf die folgende Weise bestimmt. Bei sich im Gleichgewicht befindlichem System werden ausgewählte physikalische Eigenschaften der im Strom **34** gebildeten Feststoffe unter Verwendung eines Analysators (z. B. Analysator **131**) bestimmt. Die physikalischen Eigenschaften, die unter Verwendung des Analysators bestimmt werden, umfassen vorzugsweise das mittlere Längen-zu-Breiten-Verhältnis der gebildeten Feststoffe und die mittlere Breite der gebildeten 20 Feststoffe. Der Analysator ist auch vorzugsweise in der Lage, ausgewählte physikalische Eigenschaften einzelner Feststoffe, speziell der Feststoffe aufzudecken, die die größten oder geringsten Werte für jegliche der ausgewählten physikalischen Eigenschaften aufweisen. Der Analysator ist vorzugsweise in der Lage, ausgewählte physikalische Eigenschaftsmerkmale zu bestimmen, jedoch können ebenso andere Einrichtungen verwendet werden, die in der Lage sind, Feststoffe 25 zu analysieren. Bei einem Ausführungsbeispiel kann ein Vergrößerungsmittel dazu verwendet werden, die Feststoffe optisch zu beobachten, um physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen. Bei Bestimmung der ausgewählten physikalischen Eigenschaften wird die Turbulenz des Stroms **34** unter Verwendung einer Pumpe und/oder Rührers und/oder anderer im Stand der Technik bekannter Mittel vergrößert. Siebe, Schüttelvorrichtungen und/oder Gewichte können auch verwendet werden. Nachdem das System das Gleichgewicht erreicht hat, werden Proben der Feststoffe analysiert, 30 um ausgewählte physikalische Eigenschaften zu bestimmen, und die Turbulenz im Strom wird wieder vergrößert. Die sekundäre und spontane Nukleierung können dadurch erfaßt werden, daß die physikalischen Eigenschaften der Feststoffe analysiert werden. Eine Zunahme des Vorhandenseins von Feinstpartikeln, wenn der Turbulenzpegel zunimmt, ist voraussichtlich eine Anzeige des Vorhandenseins einer wesentlichen sekundären oder spontanen Nukleierung. Nachdem eine wesentliche sekundäre oder spontane Nukleierung festgestellt ist, wird die Turbulenz des Stroms **34** zu einem Pegel 35 verringert derart, daß die wesentliche sekundäre Nukleierung aufhört. Die Turbulenz sollte wiederholt abhängig von den ausgewählten physikalischen Eigenschaften des Stroms **34** eingestellt werden, wie sie durch den Analysator bestimmt werden. Schließlich sollte ein maximaler Turbulenzpegel erzielt werden derart, daß sich keine wesentliche sekundäre Nukleierung aus der Turbulenz ergibt. Wenn die Geschwindigkeit des Stroms **34** zunimmt, kann es nötig werden, die Kühlmittelströmung im Kühlsystem **23a/23b** entsprechend zu erhöhen. Bei einem Ausführungsbeispiel wird die optimale Turbulenz in einen Strom mit einer Geschwindigkeit von mehr als 6 Fuß pro Sekunde erzielt.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird eine Pumpe **25b** mit einem Flügelrad **26** (in Fig. 5 gezeigt) und ein Motor **140** mit variabler Drehzahl verwendet, um den Strom **34** durch die Verfestigungskammer **21b** zu führen. Die Geschwindigkeit und/oder das Röhren des Stroms **34** wird vorzugsweise dadurch gesteuert, daß die Drehzahl und/oder Abmessung des Flügelrads **26** eingestellt wird. Bei einem Ausführungsbeispiel wird das Kontrollsysten dazu verwendet, die Drehzahl 45 des Flügelrads **26** zu ändern. Das Steuersystem umfaßt vorzugsweise einen Analysator **131**, der ein Siebsystem enthalten kann, um verschiedene Feststoffe zu klassifizieren. Der Analysator **131** wird dazu verwendet, physikalische Eigenschaften der in der Verfestigungskammer **21** gebildeten Feststoffe zu bestimmen. Das Steuersystem **130a/130b** ist in der Lage, ein Signal zum Motor mit veränderlicher Drehzahl zu senden, um die Drehzahl des Flügelrads **26** abhängig von den physikalischen Eigenschaften der Feststoffe zu ändern. Wenn die Geschwindigkeit des Flügelrads **26** zunimmt, werden die 50 Strömungsrate und Geschwindigkeit des Stroms vergrößert, wodurch der Turbulenzpegel im Strom in der Verfestigungskammer **21** erhöht wird. Das Steuersystem **130a/130b** kann dazu verwendet werden, fortlaufend die Turbulenz des Stroms **34** einzustellen, um bevorzugte physikalische Eigenschaften der im Strom gebildeten Feststoffe zu erzielen.

Bei einem Ausführungsbeispiel der Erfindung umfaßt die Pumpe **25** eine Kammer **190** und einen Kolben **191** mit variabler Hublänge. Das Steuersystem kann dazu verwendet werden, die Hublänge zu ändern. Der Analysator **131** wird auf 55 die oben beschriebene Weise dazu verwendet, die physikalischen Eigenschaften der in der Verfestigungskammer **21** gebildeten Feststoffe zu bestimmen. Das Kontrollsysten **130a/130b** ist vorzugsweise in der Lage, ein Signal zur Pumpe **25** zu senden, um die Hublänge abhängig von den physikalischen Eigenschaften der Feststoffe zu ändern. Wenn die Hublänge zunimmt, werden Strömungsrate und Geschwindigkeit des Stromes vergrößert, wodurch der Turbulenzpegel im Strom durch die Verfestigungskammer **21** hindurch erhöht wird. Das Kontrollsysten **130a/130b** kann dazu verwendet werden, fortlaufend die Turbulenz des Stroms **34** einzustellen, um bevorzugte physikalische Eigenschaften von im Strom gebildeten Feststoffen zu erzielen.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird der Rührer **172** dazu verwendet, einen ausgewählten Turbulenzpegel im Strom **34** zu erzeugen. Der Rührer **172** umfaßt vorzugsweise ein Blatt **173**, aber es kann ein beliebiges im Stand der Technik wohl bekanntes Rührsystem verwendet werden. Der Rührer **172** kann das einzige Mittel sein, durch das der ausgewählte 65 Turbulenzpegel erzeugt wird, oder er kann in Verbindung mit anderen Systemen, einschließlich Pumpen wie oben beschrieben, verwendet werden. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt der Rührer einen Motor **174** mit variabler Drehzahl und ein Steuersystem **130a**, das die Drehzahl eines Blatts **173** am Rührer **172** abhängig von ausgewählten physikalischen Eigenschaften von im Strom **34** gebildeten Feststoffen einstellt. Derartige physikalische Eigenschaften werden

DE 198 51 253 A 1

vorzugsweise unter Verwendung des Analysators 131 wie oben beschrieben bestimmt.

Ein einfacheres Kontrollsysteem kann verwendet werden, wenn der ausgewählte Turbulenzpegel zum Erzielen der bevorzugten physikalischen Eigenschaften von Feststoffen bekannt ist. Es kann ein beliebiger aus einer Anzahl von Strömungsmessern, wie sie im Stand der Technik wohl bekannt sind, dazu verwendet werden, den Durchfluß des Systems zu bestimmen. Die Geschwindigkeit des Stroms 34, die aus dem Durchfluß bestimmt wird, wird mit einer ausgewählten Geschwindigkeit verglichen, die aus der bekannten ausgewählten Turbulenz bestimmt worden ist. Ein manuelles oder automatisches Steuersystem 130 wird dazu verwendet, die Turbulenz des Stroms 34 dadurch einzustellen, daß die Pump- und/oder Rührrate abgewandelt wird, um die Differenz zwischen der tatsächlichen Geschwindigkeit des Stroms 34 und der ausgewählten Geschwindigkeit des Stroms 34 auf ein Minimum herabzusetzen.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein Strömungsüberwachungssystem 39 dazu verwendet, die Geschwindigkeit oder den Durchfluß des Stroms 34 zu bestimmen, wenn er durch die Kammer 21 zirkuliert. Die Geschwindigkeit oder der Durchfluß können dazu verwendet werden, den Turbulenzpegel des Stroms 34 abzuschätzen, und die Pumprate der Pumpe 25 kann eingestellt werden, um eine optimale Turbulenz zu erzielen. Bei einem Ausführungsbeispiel übermittelt ein Strömungsüberwachungssystem Signale zum Kontrollsysteem 130a/130b, das ein Signal zum Motor 140 mit veränderlicher Drehzahl und/oder Rührer 172a/172b sendet derart, daß die Geschwindigkeit und/oder Rührrate eingestellt wird, um einen ausgewählten Turbulenzströmungspegel zu erzielen. Bei einem Ausführungsbeispiel wird eine Lochplatte 38 in Verbindung mit dem Strömungsüberwachungssystem 39 verwendet.

Das Kontrollsysteem 130 kann Signale übertragen, die digital oder analog sind, und die Signale können von analog zu digital oder von digital zu analog an vielfachen Stellen in einem Kontrollschemata umgewandelt werden. Es kann eine Rückkopplungsregelung verwendet werden, bei der die Turbulenz des Stroms 34 abhängig von Systemeigenschaften eingestellt wird, einschließlich: (1) die physikalischen Eigenschaften des Stroms und/oder der Feststoffe, (2) die Verschmutzungsrate auf der Kühlfläche 24, (3) den bestimmten Pegel der sekundären oder spontanen Nukleierung und/oder (4) eine Kombination davon. Eine Optimalwertsteuerung kann verwendet werden, bei der die Turbulenz des Stroms unter Verwendung eines Modells eingestellt wird, das die physikalischen Eigenschaften von Feststoffen, Verschmutzungsrate oder Einsetzen einer wesentlichen sekundären oder spontanen Nukleierung vorwegnimmt. Ein derartiges Modell würde empirisch aus dem speziellen System bestimmt, das es voraussagt. Ein Regler unter Verwendung von Proportionalregelung, Differentialregelung, Integralregelung oder einer beliebigen Kombination davon kann im Steuersystem 130 verwendet werden.

Bezug nehmend auf Fig. 1, die Entfernung und Gewinnung von Wasser und Aceton beginnt vorzugsweise im Trockenturm 60 stromabwärts des ersten Verfestigungssystems 20. Der Trockenturm 60 befindet sich stromabwärts des Systems 20, so daß die Viskosität des Abflusses 12 nicht erhöht ist, bevor er in die Kammer 21 eintritt. Die Geschwindigkeit, die der Strom 34 zum Erzielen des ausgewählten Turbulenzströmungspegels erreichen muß, tendiert zur Abnahme, wenn die Viskosität des Stroms 34 abnimmt. Die benötigte Pumpleistung neigt zur Abnahme, sowohl, wenn die Fluidviskosität abnimmt, als auch, wenn die erforderliche Fluidgeschwindigkeit abnimmt. Somit erleichtert die Verwendung des Trockenturms 60 stromabwärts des Systems 20 die Erzeugung des ausgewählten Turbulenzpegels in der Kammer 21 und reduziert allgemein die benötigte Pumpleistung, um diese Turbulenz zu erzielen.

Einige Praktiker gestatten es, daß Aceton und Wasser im Abfluß 12 bleiben und/oder geben Wasser zum Abfluß 12 vor dessen Einführung in eine Verfestigungseinheit zu. Derartige Techniken zielen darauf ab, die Kristallbildung zu unterstützen, sie versagen jedoch darin, die Form der Feststoffe wie bei den oben beschriebenen Ausführungsbeispielen günstig zu ändern. Die bloße Zugabe von Wasser unterstützt dann die Bildung größerer Feststoffe mit einem ungeänderten mittleren Längen-zu-Breiten-Verhältnis. Somit ist dann die Tendenz der Feststoffe zur Fragmentierung, wenn sie Zentrifugalkräften von Feststoff-Flüssigkeitsseparatoren ausgesetzt werden, nicht signifikant verringert.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird jedoch der Wassergehalt des Abflusses 12 beibehalten, um die Erzeugung eines ausgewählten Turbulenzpegels zur Änderung der Form von gebildeten Feststoffen zu erleichtern.

Die Pumpe 25 befindet sich vorzugsweise außerhalb der Verfestigungszone. Allgemein tritt etwa 90% jeglicher sekundärer Nukleierung, die gewöhnlich auftritt, bei der Pumpe auf, jedoch kann keine sekundäre Nukleierung ohne Übersättigung des Stroms 34 auftreten. Daher kann die Anordnung der Pumpe außerhalb der Verfestigungszone das Auftreten eines wesentlichen Ausmaßes der sekundären Nukleierung verhindern. Die Verfestigungszone erstreckt sich vorzugsweise von Stelle 35 (unmittelbar, nachdem der Strom 34 in das Kühlsystem 23 eintritt) zur Stelle 22.

Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt die Verfestigungskammer 21b eine Leitungsschleife mit einem Abschnitt der Leitung nahe dem Flügelrad 26, gekennzeichnet durch einen verringerten Durchmesser in bezug auf den Rest des Leitungsdurchmessers. Es kann eine Verfestigungskammer, die ein Venturirohr aufweist, dazu verwendet werden, einen Flügelrad aufweisenden Leitungsabschnitt mit einem Leitungsabschnitt mit einem viel größeren Durchmesser zu verbinden. Die Vergrößerung des Durchmessers der Kammer 21b kann die Verweilzeit des Stroms 34 in der Kammer 21 vergrößern.

Bei einem anderen Ausführungsbeispiel ist der Durchmesser der Kammer 21b im wesentlichen über die Länge der Kammer 21b konstant und der Durchmesser ist lediglich etwas größer als der Flügelraddurchmesser. Es wird vorausgesetzt, daß das Kristallwachstum verhältnismäßig rasch beim Eintreten des Stroms 34 in das Kühlsystem 23 auftritt, und so ist die Vergrößerung des Durchmessers der Kammer 21b nicht vorzuziehen. Die Leichtigkeit, mit der Turbulenz erzielt wird, neigt zur Zunahme, wenn der Durchmesser der Verfestigungskammer abnimmt.

Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt die Verfestigungskammer 21b einen Schlammüberlauf 27. Der Strom 34 wird vorzugsweise durch die Kammer 21b umgewälzt, wobei die Rate der Zufuhr, die in die Kammer durch die Zufuhrleitung 28 eintritt, die Rate steuert, mit der der Strom 34 durch den Schlammüberlauf 27 austritt. Der Schlammüberlauf 27 ist vorzugsweise eine Leitung, die eine Unterseite 30 ihres oberen Endes aufweist, die sich in einer Höhe etwas unterhalb des oberen Endes 29 der Verfestigungskammer 21b befindet. Der Fluidpegel im Überlauf 27 bleibt üblicherweise etwa gleich dem Fluidpegel in der Verfestigungskammer. Wenn der Fluidpegel der Verfestigungskammer den Boden der Schlammüberlaufleitung 27 übersteigt, fließt dann eine Fluidmenge den Schlammüberlauf abwärts, wobei er das erste Verfestigungssystem 20 verläßt, um in das erste Wiedergewinnungssystem 40 einzutreten. Bei einem Ausführungsbei-

DE 198 51 253 A 1

spiel befindet sich die Höhe der Unterseite **30** des oberen Endes des Schlammüberlaufs **27** zwischen etwa 3 Inch und etwa 12 Inch unterhalb der Höhe des oberen Endes **29**.

Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das erste Verfestigungssystem **20** ein System zur Zerstörung oder Verringerung der feinsten Festpartikel (siehe Punkt **31**). Ein Feinstpartikelsystem **31** leitet einen Teil **36** des Stroms **34** durch ein Heizsystem **32**, um den Teil **36** auf eine Temperatur etwas oberhalb des Trübungspunkts des Stroms **34** zu erwärmen. Das Heizsystem **32** ist vorzugsweise ein Röhrenwärmeaustauscher, obwohl eine beliebige aus einer Anzahl von Heizvorrichtungen verwendet werden kann. Es wird vorzugsweise Dampf für den Heizteil **36** verwendet, aber es können zahlreiche andere Heizmedien verwendet werden. Die Verweilzeit des Austauschers **32** und/oder die Temperatur des Heizmediums innerhalb des Austauschers **32** werden vorzugsweise so eingestellt, daß beliebige Feinstpartikel, die vorhanden sind, vollständig geschmolzen werden, während größere Feststoffteilchen lediglich leicht geschmolzen werden. Das Schmelzen neigt zur Initiierung an den Enden der größeren Feststoffteilchen auf eine Weise derart, daß das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Feststoffteilchen verringert wird. Außerdem neigen die ersten Feststoffteilchen, die auch Feinstpartikel sind, dazu, stärker einem Zerbrechen zu widerstehen, als die größeren ersten Feststoffteilchen, die dasselbe Längen-zu-Breiten-Verhältnis aufweisen. Somit läuft das Schmelzen der Feinstpartikel darauf hinaus, das Vorhandensein von Feinstpartikeln zu reduzieren. Die Feinstpartikel neigen dazu, einen höheren Prozentsatz von ersten Feststoffteilchen einzuschließen als die größeren Feststoffteilchen, die in der Kammer **21a/21b** gebildet werden. Daher läuft eine Verringerung von Feinstpartikeln darauf hinaus, das mittlere Längen-zu-Breiten-Verhältnis der gebildeten Feststoffe zu verbessern. Somit verbessert das Feinstpartikelsystem **31** die physikalischen Eigenschaften der Feststoffe dadurch, daß die Form der größeren Feststoffteilchen abgewandelt wird zusätzlich dazu, daß Feinstpartikel reduziert werden. Das Schmelzen der Feinstpartikel liefert auch zusätzliches Bisphenol A für das fortlaufende Wachstum der Feststoffpartikel, die im Strom **34** bleiben. Bei einem Ausführungsbeispiel zieht das Feinstpartikelsystem **31** vorzugsweise den Teil **36** aus der Kammer **21b** nahe der Stelle **22** und der Abfluß **33** ist wieder in die Kammer **21b** durch die Zuführungsleitung **28** zurückgerichtet.

Die oben erwähnten Ausführungsbeispiele können in Kombination miteinander verwendet werden. Beispielsweise umfaßt bei einem Ausführungsbeispiel das Verfestigungssystem **20**: (a) eine Leitungsschleife und Schlammüberlauf **27**, (b) ein Kühlsystem **23b**, umfassend einen Röhrenwärmeaustauscher zur Abführung von Wärme aus dem Strom **34**, um die Verfestigung zu initiieren, (c) eine Pumpe **25b** mit Flügelrad **26** zum Umwälzen des Stromes um die Leitungsschleife und (d) ein Feinstpartikelsystem **31**, jeweils wie oben beschrieben. Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel umfaßt das Verfestigungssystem **20**: (a) Behälter **175**, (b) Leitungsschlange **171** zur Abführung von Wärme aus dem Strom **34** zur Initiierung der Verfestigung, (c) Rührwerk **172** mit Blatt **173** zum Umwälzen des Stroms über der Leitungsschlange **171** und (d) Feinstpartikelsystem **31**, jeweils wie oben beschrieben. Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel umfaßt das Verfestigungssystem (a) eine Leitungsschleife und Schlammüberlauf **27**, (b) Kühlsystem **23** zur Abführung von Wärme aus dem Strom **34** zur Initiierung der Verfestigung, (c) Pumpe **25b** mit Flügelrad **26** zum Umwälzen des Stroms um die Leitungsschleife und zur Erzeugung und Steuerung des Turbulenzpegels im Strom **34**, (d) Rührwerk **172** zur Erzeugung und Steuerung zusätzlicher Turbulenz im Strom **34** und (e) Feinstpartikelsystem **31**, jeweils wie oben beschrieben. Das erste Verfestigungssystem **20a** (Fig. 2) wird allgemein gegenüber dem ersten Verfestigungssystem **20b** (Fig. 3) bevorzugt. Zahlreiche weitere Kombinationen von zuvor und untenstehend beschriebenen Ausführungsbeispielen werden für die Fachleute offensichtlich.

Die Verwendung des Feinstpartikelsystems **31** führt dazu, das Vorhandensein von Feinstpartikeln zu reduzieren, aber erhöht auch die Einschaltzeit des Kühlsystems **23**. Eine kontrollierte turbulente Strömung dient dazu, das Vorhandensein von Feinstpartikeln zu reduzieren. Bei einem Ausführungsbeispiel wird das Vorhandensein von Feststoffpartikeln mit einer Breite von weniger als 60 µm im wesentlichen durch die Auswahl eines geeigneten Turbulenzpegels im Strom **34** eher als die Verwendung des Feinstpartikelsystems **31** ausgeschaltet.

Bezug nehmend auf Fig. 1, das erste Wiedergewinnungssystem **40** umfaßt wenigstens einen Feststoff-Flüssigkeitsseparator **41** zur Gewinnung eines "Adduktfeststoffs" von Bisphenol A mit Phenol. Im Zusammenhang mit dieser Erfindung bedeutet das Wort "Addukt" eine physikalische Assoziation von zwei oder mehr Molekülen. Eine derartige Assoziation kann beispielsweise vorliegen, wenn ein Molekül einer Komponente entweder ganz oder teilweise im Kristallgitter des anderen eingeschlossen ist. Ein "Adduktfeststoff", der Bisphenol A und Phenol enthält, bedeutet einen Feststoff, in dem Bisphenol A und Phenol beide in einem Feststoff physikalisch assoziiert sind.

Das erste Wiedergewinnungssystem **40** kann ein Zentrifugalfiltersystem, ein Vakuumdrehfiltersystem oder ein Druckfiltersystem umfassen. Die Filtersysteme können absatzweise, kontinuierlich oder eine Kombination davon sein. Bei einem Ausführungsbeispiel wird eine Kombination von Vakuumdreh- und Druckfiltersystemen für einen vergrößerten Waschwirkungsgrad verwendet, gefolgt von einem Zentrifugalfiltersystem für die Flüssigkeitsentfernung.

Der Adduktfeststoff enthält vorzugsweise Bisphenol A und etwa 29–31 (z. B. 29,2) Gewichtsprozent Phenol und bevorzugter Bisphenol A und Phenol in äquimolaren Mengen. Der Adduktfeststoff kann mehr Mole Phenol als Bisphenol A aufgrund eines beliebigen Phenolrestes enthalten, der auf der Oberfläche des wiedergewonnenen Adduktfeststoffes bleibt.

Bei einem alternativen Ausführungsbeispiel kann das erste Wiedergewinnungssystem **40** Batch- oder kontinuierliche Zentrifugalfilter oder Druckdreh- oder Vakuumfilter enthalten, wobei jedes der obigen einzeln oder in Kombination verwendet wird. Batch- oder Zentrifugalfilter können horizontal oder vertikal sein. Kontinuierliche Zentrifugalfilter können "Schubvorrichtungen" sein, etc. Druckdreh- oder Vakuumfilter können von Krauss-Maffei oder Bird Machine Co. angeboten werden. Vorzugsweise umfaßt das erste Wiedergewinnungssystem **40** ein Waschsystem zum Waschen von Kristallen mit Phenol.

Wie in Fig. 1C(b) gezeigt ist, kann ein vertikales Zentrifugalfilter **300** einen perforierten Siebmantel **301** umfassen, auf dem die Kristalle in der Linie **305** (d. h. aus dem Kristallisator) von der Ausgangslauge ausgefiltert werden. Die Wasch- und Ausgangsflüssigkeit verläßt das Filter **300** über die Leitung **46(b)**, die der Kolonne **60** zugeleitet wird.

Das erste Wiedergewinnungssystem **40** umfaßt alternativ wenigstens eine Siebvollmantelzentrifuge **41** (siehe Fig. 1C(a)). Die Siebvollmantelzentrifuge **41** enthält vorzugsweise Schraubenanordnungen **180**, die geeignet sind, die Ad-

DE 198 51 253 A 1

duktfeststoffe bis zu einem Randbereichsabschnitt **44** und in den Siebabschnitt **45** zu leiten. Die Flüssigkeit kann zum Ende der Zentrifuge **41** gegenüberliegend dem Siebabschnitt **45** geleitet werden, woraufhin sie durch die Leitung **46** zum Trockenturm **60** geleitet werden kann. Das Waschsystem **42** kann dazu verwendet werden, die in der Siebvollmantelzentrifuge **41** wiedergewonnenen Feststoffe zu waschen. Das Waschen erfolgt vorzugsweise im Siebabschnitt **45** der Zentrifuge **41**, wobei reines Phenol als Waschlösigkeit dient.

Die gewonnenen Adduktfeststoffe sind vorzugsweise Kristalle mit einer mittleren Kristallbreite, die etwa 180 µm überschreitet, und einem mittleren Längen-zu-Breiten-Verhältnis unterhalb etwa 5 : 1. Der wiedergewonnene Kuchen der Kristalle hat vorzugsweise einen freien Flüssigkeitsgehalt von weniger als 6%. Die Kristalle können bei einigen Ausführungsbeispielen eine rhombische Form aufweisen.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird der gewonnene Addukt durch die Leitung **43** vom Feststoff-Flüssigkeitsseparatorkomplex **41** zum Mischsystem **50** geleitet, wo Wasser mit dem Addukt feststoff gemischt wird, um eine Adduktlösung mit einem Schmelzpunkt von weniger als 150°C zu bilden. Der Schmelzpunkt der Adduktlösung liegt vorzugsweise zwischen etwa 60°C und 120°C und bevorzugt zwischen 60°C und 80°C. Das Mischsystem umfaßt vorzugsweise einen Behälter **51** und ein Rührwerk **52**. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Mischsystem auch ein Heizsystem, das Wasser auf eine Temperatur von etwa 150°C oder weniger erwärmen kann. Wasser wird vorzugsweise aus einem Wassersystem **59** durch eine Leitung **53** vorzugsweise bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C, bevorzugter zwischen etwa 60°C und 150°C und noch weiter bevorzugt zwischen etwa 60°C und etwa 90°C in den Behälter **51** geleitet. Die Verweilzeit der Materialien im Behälter **51** kann vorzugsweise weniger als 5 Minuten und vorzugsweise weniger als 1 Minute sein. Die Adduktlösung wird vorzugsweise gemischt und fortlaufend zur Kolonne **70** durch die Leitung **54** geleitet.

Das Steuersystem **150** kann dazu verwendet werden, die Rate zu regulieren, mit der die Adduktlösung oder -schmelze zur Kolonne **70** geführt wird. Bei jedem der folgenden Ausführungsbeispiele ist das Steuersystem **150** in der Lage, Signale von den Strömungselementen **151**, **152** und **153**, Wassersystem **59**, Pumpe **55** und Heizsystem **57** auszusenden und zu empfangen.

Die Strömungselemente **151**, **152**, **153** sind jeweils in der Lage, Zustände eines Stroms, einschließlich Temperatur, Druck und/oder Durchfluß abzutasten. Das Element **151** umfaßt ein Strömungssteuerventil zur Einstellung der zum Behälter **51** zugegebenen Wassermenge. Das Element **153** umfaßt ein Strömungssteuerventil zur Einstellung der Rate der Adduktlösung, die den Behälter **51** verläßt. Bei einem Ausführungsbeispiel übertragen die Elemente **151** und **153** jeweils ein Signal zum System **150**, das den Durchfluß durch das gegebene Element anzeigt. Das System **150** bestimmt die Rate des Addukt feststoffs, der in den Behälter **51** geleitet wird, aus den übertragenen Signalen und steuert das Strömungssteuerventil des Elements **151**, um eine spezifizierte Wassermenge zum Behälter **51** zu führen.

Bei einem Ausführungsbeispiel überträgt das Element **152** ein Signal zum System **150**, das die Strömungseigenschaften (z. B. Durchfluß, Temperatur, Druck, Zusammensetzung) des Abflusses des Systems **20** anzeigt, der in die Zentrifuge **41** eintritt. Das System **150** bestimmt eine ausgewählte Menge von Wasser, die in den Behälter **51** geführt werden soll, aus dem übertragenen Signal und steuert das Strömungssteuerventil des Elements **151**, um eine spezifizierte Wassermenge zum Behälter **51** zu leiten.

Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel reguliert das System **150** die Temperatur des durch die Leitung **53** zugegebenen Wassers, indem Signale zu einem Heizsystem gesendet werden, das im Wassersystem **59** enthalten ist. Das Heizsystem des Wassersystems **59** stellt die Temperatur des Wassers auf eine ausgewählte Temperatur unterhalb etwa 150°C und bevorzugter zwischen etwa 60°C und etwa 90°C ein. Das vom System **150** zum Heizsystem im System **59** gesendete Signal wird durch die Signale bestimmt, die vom System **150** von jedem der Elemente **151**, **152** oder **153** empfangen werden.

Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel steuert das System **150** die Pump rate der Pumpe **55** abhängig von den Signalen, die von den oben erwähnten Elementen empfangen werden.

Es können zahlreiche zusätzliche Steuermethoden unter Verwendung der oben erwähnten Elemente und des Steuersystems verwendet werden.

Gemäß einem Ausführungsbeispiel wird die Adduktlösung in einem Ionenaustausch-(z. B. Anionen-)System **58** behandelt. Das System **58** ist darauf gerichtet, das Vorhandensein eines Stoffs wie von Spurensäuren und Chloriden in der Adduktlösung zu reduzieren und/oder zu eliminieren, die die Zersetzung von Bisphenol A katalysieren. Bei einem Ausführungsbeispiel befindet sich die Adduktlösung bei einer Temperatur zwischen etwa 60°C und etwa 65°C, wenn sie durch das Anionenaustauschsystem **58** geführt wird, um einen aciden Stoff und Chloride aus der Adduktlösung zu entfernen. Herkömmliche Verfahren sind nicht dazu geeignet, die Adduktlösung auf die Weise der vorliegenden Erfindung zu behandeln, um einen sauren Anteil und Chloride zu entfernen. Ein Anionenaustauschharz, das für einen solchen Zweck geeignet ist, verliert dann seine Stabilität oberhalb von etwa 65°C.

Feststoffe, die in das Anionenaustauschsystem **58** eintreten, neigen dann zum Verstopfen des Systems. Die Zugabe von Wasser zum Addukt feststoff oder zur Adduktlösung senkt den Schmelzpunkt der resultierenden Adduktlösung herab, was es ermöglicht, sie durch das System **58** im wesentlichen als Schmelze bei einer Temperatur von weniger als etwa 55°C zu führen. Das Anionenaustauschsystem **58** befindet sich vorzugsweise oberhalb der Kolonne **70**.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein Injektionssystem **69** (in Fig. 4 gezeigt) dazu verwendet, erwärmtes Wasser und/oder Druckdampf zur Adduktlösung vor deren Eintreten in die Kolonne **70** zuzugeben, wodurch die Temperatur der Adduktlösung vorzugsweise über die Temperatur erhöht wird, bei der die Adduktlösung unter dem Druck der Kolonne **70** eine Verdampfung erfahren würde. Der Dampf befindet sich vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen etwa 135°C und etwa 145°C. Es kann erforderlich sein, den Dampf bei einer Temperatur oberhalb von 160°C zuzugeben. Dampf bei höheren Temperaturen (z. B. oberhalb von etwa 150°C) kann zur Adduktlösung ohne signifikante Zersetzung des Bisphenols A zugegeben werden, wenn die Zahl der Phenolmole wenigstens gleich der Zahl der Bisphenol-A-Mole in der Adduktlösung ist. Wenn die Zahl der vorhandenen Bisphenol-A-Mole größer als die Zahl der vorhandenen Phenol-Mole ist, kann Dampf bei höheren Temperaturen (z. B. oberhalb etwa 150°C) zur Adduktlösung ohne signifikante Zersetzung des Bisphenols A zugegeben werden, wenn das Mischen es gestattet, daß die Temperatur der Druckadduktlösung rasch eine Temperatur von unterhalb von etwa 150°C erreicht. Der Druckdampf erhöht die Temperatur der Adduktlösung und/

DE 198 51 253 A 1

oder liefert ausreichenden Druck, um ein Eintreten der Adduktlösung in die Kolonne **70** zu gestatten.

Bei einem Ausführungsbeispiel setzt die Pumpe **55** die Adduktlösung unter Druck und ein Ausgangsproduktmischer wird dazu verwendet, Dampf aus dem System **69** in die Druckadduktlösung zu leiten. Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel ist der Dampf gesättigter Dampf bei einem absoluten Druck zwischen etwa 50 psi und etwa 155 psi.

- 5 Bei einem Ausführungsbeispiel wird der Wärmetauscher **56** dazu verwendet, die Temperatur der Adduktlösung auf etwa 135°C vor ihrem Eintreten in die Kolonne **70** anzuheben. Das System **69** braucht nicht in Kombination mit dem Austauscher **56** verwendet zu werden, wenn es bevorzugt ist, die Menge von in die Kolonne **70** eintretendem Wasser zu reduzieren. Die Pumpe **55** kann dazu verwendet werden, die Adduktlösung vor ihrem Eintreten in die Kolonne **70** unter Druck zu setzen.
- 10 Bei einem Ausführungsbeispiel enthält der Behälter **51** ein Adduktheizsystem **57**, um die Adduktfeststoffe ohne die Zugabe von Wasser zu schmelzen. Das Adduktheizsystem **57** kann externe Rohrschlangen oder andere Heizeinrichtungen enthalten. Das Adduktheizsystem **57** ist in der Lage, die Adduktfeststoffe auf eine Temperatur unterhalb von 150°C zu erwärmen, und die Feststoffe werden vorzugsweise auf etwa 135°C erwärmt. Die resultierende Adduktschmelze wird durch die Leitung **54** zur Kolonne **70** geführt und das Dampfsystem **69** wird vorzugsweise dazu verwendet, eine ausgewählte Menge an erwärmtem Wasser oder Druckdampf in die Adduktschmelze vor deren Eintreten in die Kolonne **70** zu injizieren. Bei diesem Ausführungsbeispiel wird die Gesamtmenge von in die Kolonne **70** eingeleittem Wasser verringert, wodurch die Menge von Prozeßwasser verringert wird, die behandelt werden muß. Die Verringerung der Menge von mit der Adduktlösung in die Kolonne **70** eingeleittem Wasser kann die Energie erhöhen, die zur Kolonne **70** für die benötigte Entfernung von Phenol gegeben werden muß. Bei einem Ausführungsbeispiel wird das Adduktheizsystem **57** in Verbindung mit dem Verfahren der Zugabe von Wasser durch die Leitung **53** zur Bildung einer Adduktlösung verwendet.
- 15
- 20

Bezug nehmend auf Fig. 4, die Druckadduktlösung befindet sich vorzugsweise bei einer Temperatur von etwa 135°C, wenn sie in die Kolonne **70** durch das Steuerventil **71** zugeführt wird. Die Kolonne **70** umfaßt einen hochliegenden Auslaß **72** in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß **73** in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuleitungseinlaß **74** zwischen dem hochliegenden und Bodenauslaß. Die Adduktlösung enthält vorzugsweise eine zweckmäßige Menge an Wasser, um die Entfernung von Phenol über Dampfstrippen bei einer Temperatur von gut unterhalb 150°C in einer Kolonne zu gestatten, die einen Druck von wenigstens Atmosphärendruck aufweist. Einige Praktiker benutzen Vakuumssysteme, um den Druck in einer Kolonne auf unterhalb Atmosphärendruck herabzusetzen, wodurch die benötigte Kolonnentemperatur abgesenkt wird. Die Verwendung eines Vakuumssystems gestattet jedoch nicht, daß die Kolonnentemperatur unterhalb 157°C abgesenkt wird, da Bisphenol A dann die Tendenz hätte, in der Kolonne zu gefrieren. Im Gegensatz, die Kolonne **70** wird vorzugsweise bei einem Druck von wenigstens Atmosphärendruck betrieben, um ein Lecken von Luft in den Prozeßstrom zu vermeiden. Vorzugsweise wird die Sauerstoffmenge im System so auf ein Minimum herabgesetzt, daß die Bildung von Farbkörpern auf ein Minimum herabgesetzt wird. Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird die Kolonne **70** bei dem Druck betrieben, der bewirkt, daß die Adduktlösung, die in die Kolonne **70** eintritt, bei etwa 110°C zu sieden beginnt.

Wenigstens ein Teil der Adduktlösung entspannt sich aufgrund eines Druckabfalls, der über das Steuerventil **71** hinweg erfahrt wird. Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein erster Verteiler **75** verwendet, um die Adduktlösung zur Kolonne **70** in eine Richtung aufwärts und parallel zur Wand der Kolonne zuzuführen, um zu verhindern, daß die Adduktlösung mit der Kolonnenwand in Kontakt tritt und Feststoffe an der Kolonnenwand bildet. Bei einem anderen Ausführungsbeispiel wird die Kolonnenwand unter Verwendung eines Heizsystems **89** erwärmt, um zu vermeiden, daß wenigstens einer beliebigen Adduktlösung, die mit der Kolonnenwand in Kontakt tritt, Feststoffe an der Wand bildet. Das Heizsystem kann eine Rohrschlange **90** oder zahlreiche weitere Heizeinrichtungen enthalten. Die Rohrschlange **90** kann in der Lage sein, Dampf oder andere Heizmedien zu enthalten. Die Schlange **90** kann entlang eines beliebigen Segments der Kolonnenwand angeordnet sein. Die Wand wird vorzugsweise auf eine Temperatur zwischen etwa 110°C und 150°C, und bevorzugterweise zwischen etwa 130°C und etwa 135°C erwärmt. Der erste Verteiler **75** und das Heizsystem **89** können in Verbindung miteinander verwendet werden. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Heizsystem die Rohrschlange **90** entlang eines Teils oder der gesamten Länge der Kolonne **70** und Dampf wird durch die Schlange **90** durchgeführt, um die Kolonnenwand zu erwärmen.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird ein zweiter Verteiler **76** dazu verwendet, Fluid zum Boden der Kolonne **70** zu verteilen. Der untere Teil **78** der Kolonne **70** enthält vorzugsweise Schalen, Ringe oder eine Packung **77** und es kann ein beheiztes Wasserinjektionssystem **79** dazu verwendet werden, erwärmtes Wasser durch eine Injektionsöffnung in der Nähe des Bodens der Kolonne in die Kolonne **70** zu injizieren. Bei einem Ausführungsbeispiel befindet sich das erwärmte Wasser in der Form von überhitztem Dampf. Die Injektion von erwärmtem Wasser oder Dampf in der Nähe des Bodens der Kolonne **70** kann die Entfernung von in der flüssigen Phase verbleibendem Phenol erleichtern. Bei einem Ausführungsbeispiel kann das Steuersystem **91** dazu verwendet werden, die Temperatur oder den Phenolgehalt des Bodenstroms **81** zu überwachen und den Zusatz von erwärmtem Wasser oder Dampf in die Kolonne **70** über das System **79** abhängig von der Temperatur oder dem Phenolgehalt zu regulieren. Der Boden der Kolonne **70** befindet sich vorzugsweise bei einer Temperatur zwischen 100°C und 115°C und befindet sich bevorzugter bei einer Temperatur von 110°C. Es kann gestattet werden, daß sich einige Feststoffe durch Schalen, Ringe oder die Packung **77** innerhalb des unteren Teils **78** der Kolonne **70** hin- und herbewegen, jedoch bei einem Ausführungsbeispiel wird eine Verteilerschale **88** dazu verwendet, zu verhindern, daß Feststoffe in den unteren Teil **78** der Kolonne eintreten. Die Verteilerschale **88** verhindert vorzugsweise, daß eine ausreichende Menge von Feststoffteilen in den unteren Teil **78** eintritt, um eine signifikante Verstopfung in der Packung **77** zu vermeiden. Bei einem Ausführungsbeispiel kann sich die Packung **77** vom unteren Teil **78** aufwärts bis zur Verteilerschale **88** erstrecken.

Der Bodenstrom **81** wird vom Boden der Kolonne **70** oder aus dessen Nähe abgezogen und umfaßt vorzugsweise weniger als etwa 1 Gewichtsprozent Phenol und umfaßt bevorzugter weniger als etwa 0,5 Gewichtsprozent Phenol. Der Bodenstrom **81** umfaßt vorzugsweise etwa 80–85 Gewichtsprozent Bisphenol A und etwa 15–20 Gewichtsprozent Wasser. Wenn der Wassergehalt im Strom auf über etwa 15 Gewichtsprozent ansteigt, besteht die Tendenz, daß sich zwei Flüs-

sigkeitsphasen bilden: eine organische Phase, die etwa 80–85 Gewichtsprozent Bisphenol A und etwa 15–20 Gewichtsprozent Wasser enthält, und eine wäßrige Phase, die Wasser und eine kleine Menge von löslichem Bisphenol A enthält. Der Bodenstrom **81** umfaßt vorzugsweise etwas mehr als 15 Gewichtsprozent Wasser derart, daß eine Emulsion gebildet wird und überschüssiges Wasser vorhanden ist, um Feststoffteilchen aufzulösen. Ein erster Teil **82** des Bodenstroms **81** wird vorzugsweise in die Kolonne **70** zurück umgewälzt, vorzugsweise an einer Stelle oberhalb der Schale **88** und unterhalb des ersten Verteilers **75**, um die Absorption von Dampf, der Phenol enthält, in den Strom **81** zu vermeiden. Der zurückgeführte Bodenteil **82** wird vorzugsweise zur Schale **88** durch den zweiten Verteiler **76** hin gerichtet. Der zurückgeführte Bodenteil dient dazu, wenigstens einen Teil beliebiger Bisphenol-A-Feststoffteilchen zu waschen und aufzulösen, die sich in der Kolonne **70** gebildet haben. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Wasser oder Dampf zu dem zurückgeführten Bodenteil **82** durch eine Leitung **83** zugegeben, um die Auflösung der Feststoffteile zu verstärken, obwohl der Zusatz derartigen Wassers als nicht erforderlich vorausgesagt wird. Der Kolonnenkopfstrom **84** umfaßt Phenol und Wasser und wird zu einem Trockenturm **60** gerichtet.

Ein Steuersystem **160** ist dazu geeignet, Signale aus Strömungselementen **161**, **162**, **163**, **164** und **165** zu senden und zu empfangen. Jedes dieser Strömungselemente ist dazu in der Lage, Zustände eines Stroms, einschließlich Temperatur, Druck und/oder Durchfluß abzutasten. Das Steuersystem **160** ist in der Lage, Kolonnenzustände, einschließlich Druck und Temperaturen an einer Vielzahl von Stellen entlang der Länge der Kolonne, einschließlich bei der Schale **88** und bei einer Zuleitungsschale in der Kolonne, abzutasten. Einige oder sämtliche der oben erwähnten Strömungselemente enthalten vorzugsweise ein Strömungsregelventil. Bei einem Ausführungsbeispiel strömt ein Kopfstrom von dem oberen Ende der Kolonne oder nahe davon in einen Teilkondensator und ein Teil des oben verlaufenden Stroms wird in die Kolonne zurückgeführt, um einen ausgewählten Druck in der Kolonne beizubehalten. Die Menge des zurückgeführten Teils wird vorzugsweise durch das System **160** reguliert. Bei einem Ausführungsbeispiel reguliert das System **160** die Rate von zum Bodenrecyclestrom **82** zugegebenem Wasser durch das Element **161** abhängig vom Durchfluß des Bodenrecyclestromes **82** durch das Element **162**. Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel wird eine Probe des Bodenstroms **81** beim Element **163** genommen, um dessen Zusammensetzung zu bestimmen, und der Regler **160** reguliert die Menge des Bodenstroms **81**, der durch das Element **162** geführt wird, und die Menge von Wasser (falls welches), das durch das Element **161** geführt wird. Zahlreiche weitere Steuermethoden unter Verwendung der oben erwähnten Elemente können verwendet werden.

Der Trockenturm **60** ist geeignet, Aceton und Wasser von Bisphenol, Verunreinigungen und Phenol abzutrennen. Der Kopfstrom **61** umfaßt Aceton und Wasser und wird zu einem System zur Aceton-Wiedergewinnung geleitet. Der Bodenstrom **62** enthält Phenol, Bisphenol und Verunreinigungen und wird zu einem System zur Wiedergewinnung von reinem Phenol zur Verwendung als Phenolwäsche im Waschsystem **42** gerichtet.

Ein zweiter Teil **85** des Kolonnenbodenstroms **81** ist vorzugsweise zu einem zweiten Verfestigungssystem **100** gerichtet. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Wasser zum zweiten Teil **85** über eine Leitung **86** zugegeben, um einen Zuleitungsstrom **87** zu bilden, der etwa 45–55 Gewichtsprozent Wasser, etwa 45–55 Gewichtsprozent Bisphenol A und weniger als etwa 1 Gewichtsprozent Phenol enthält. Der Zuleitungsstrom **87** enthält eine organische Phase und eine wäßrige Phase und kann einen Gesamtassergehalt bis zu etwa 75 Gewichtsprozent enthalten. Die organische Phase umfaßt etwa 80–85 Gw.% Bisphenol A und etwa 15–20 Gewichtsprozent Wasser, und die wäßrige Phase enthält Wasser und eine kleine Menge an löslichem Bisphenol A. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das zweite Verfestigungssystem **100** einen Kristallisator **103**, der ein Rührwerk **104** enthält. Bei einem alternativen Ausführungsbeispiel umfaßt das zweite Verfestigungssystem **100** einen Svenson-Saugrohr-Drosselkristallisator oder einen ausreichend bewegten Behälter. Fig. 1B(a) zeigt einen Kristallisator **103(a)** mit Zwangsumwälzung. Fig. 1B(b) zeigt einen Kristallisator **103(b)** mit Saugrohr. Fig. 1B(c) zeigt einen Svenson-Saugrohr-Drosselkristallisator **103(c)**.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird der Kristallisator **103** bei einem Druck unterhalb Atmosphärendruck betrieben derart, daß der Siedepunkt von Wasser bei einer Temperatur im Bereich von etwa 80°C bis 120°C und bevorzugter von etwa 94°C bis etwa 98°C beibehalten wird. Es kann ersehen werden, daß allgemein, wenn die Temperatur ansteigt, dann die Reinheit ansteigt, aber die Ausbeute zurückgeht. An sich können Temperaturbereiche wie 90–92°C, 92–94°C, 94–96°C und/oder 96–98°C verwendet werden. Der Absolutdruck wird vorzugsweise bei etwa 500–700 Torr und bevorzugter bei etwa 600 Torr beibehalten. Das Vakuum kann durch ein Vakuumsystem **101** bewirkt werden, das Strahlejektoren oder eine Vakuumpumpe enthalten kann. Das zweite Verfestigungssystem **100** kann eine Kühleinrichtung **102** zum Kondensieren eines Teils des Dampfs enthalten, der über eine Leitung **201** in die Kühleinrichtung **102** eintritt (und über eine Leitung **202** zum Kristallisator **103** zurückkehrt), der im Kristallisator **103** gesiedet wird. Feststoffe können auf den Wänden des Kristallisators **103** aufgrund des Siedens des Fluids im Kristallisator **103** abgelagert werden. Bei einem Ausführungsbeispiel wird Wasser zum System **103** aus dem Wassersystem **105** zugegeben, um die benötigte Verdampfungskühlung auf ein Minimum herabzusetzen, wodurch die Bildung von übermäßigen Ablagerungen auf der Kristallisatorwand verhindert wird. Bei einem Ausführungsbeispiel umfaßt das Wassersystem **105** ein Wasserverteilungssystem (z. B. Sprinkler, Zerstäuber, Verteiler), um Wasser in das System **103** einzuführen (z. B. Wasser auf die Oberfläche tropfen zu lassen). Es wird angenommen, daß das Verteilen von Wasser auf diese Weise die Bildung und/oder Erzeugung von Feststoffen (z. B. Kristallen) im System **103** verstärkt.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird der zweite Teil **85** zu einem zweiten Verfestigungssystem **100** ohne den Zusatz von Wasser durch die Leitung **86** geführt. Das Wassersystem **105** wird vorzugsweise dazu verwendet, Wasser bei einer Auswahltemperatur direkt zum Kristallisator **103** zuzugeben, um die Temperatur im Kristallisator **103** zwischen etwa 80°C und 120°C und vorzugsweise zwischen etwa 90°C und 100°C zu halten, und um eine Gesamtzusammensetzung im Kristallisator **103** beizubehalten, die etwa 45–55 Gewichtsprozent Wasser und etwa 45–55 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt. Wasser wird unter Verwendung eines Austauschers **107** erwärmt oder auf eine ausgewählte Temperatur gekühlt. Dieses Ausführungsbeispiel benötigt keine Verwendung des Vakuumsystems **101** oder der Kühleinrichtung **102**, da die Temperatur des Kristallisators **103** durch den Zusatz von Wasser bei einer ausgewählten Temperatur beibehalten wird. Somit wird der Eintritt von Luft in den Prozeß als Ergebnis eines Vakuumsystems vermieden. Bei einem Ausführungsbeispiel werden das Vakuumsystem **101** und eine Kühleinrichtung **102** in Verbindung mit dem Zusatz von Wasser aus

DE 198 51 253 A 1

dem Wassersystem 105 bei einer ausgewählten Temperatur verwendet.

Bei einem Ausführungsbeispiel wird Abfluß 106 aus dem zweiten Verfestigungssystem 100 zum zweiten Wiedergewinnungssystem 110 geführt, wo das hochreine Bisphenol-A-Produkt wiedergewonnen wird. Bei einem Ausführungsbeispiel enthält das zweite Wiedergewinnungssystem wenigstens eine Schubzentrifuge 111 und ein Waschsystem 112,

- 5 um die in der Zentrifuge 111 wiedergewonnenen Feststoffe zu waschen. Die Schubzentrifuge 111 enthält vorzugsweise mehr als eine Stufe und ist in der Lage, Waschfluid aus dem Waschsystem 112 an einer Mehrzahl von Stellen anzunehmen. Die wiedergewonnenen Feststoffe werden vorzugsweise mit Wasser gewaschen. Ein Trockner 113 nimmt die wiedergewonnenen Feststoffe durch eine Leitung 122 an und setzt den Wassergehalt der Feststoffe weiter herab. Der Trockner 113 kann ein Wirbelschichttrockner 113B oder ein Kontakttrockner 113A sein (siehe Punkte I und II in Fig. 1A). Der 10 Wirbelschichttrockner 113B kann vibrierend sein und kann eine gelochte Förderschale 115D umfassen. Verschiedene weitere Trockner wie Kolonnen-, Batch- oder geneigte Trockner können verwendet werden. Stickstoffgas wird vorzugsweise zum Kontakttrockner 113 zugegeben, um den Partialdruck von Wasser herabzusetzen und dessen Entfernung aus den wiedergewonnenen Feststoffen zu erleichtern, während Dampf vorzugsweise als Heizmittel dient und zum Trockner 113A mit Verwendung eines Dampfsystems 114 zugegeben wird. Der Wassergehalt der wiedergewonnenen Feststoffe 15 wird vorzugsweise auf unterhalb 1.500 ppm herabgesetzt. Es können zusätzliche Trockensysteme stromabwärts des Trockners 113 dazu verwendet werden, den Wassergehalt der wiedergewonnenen Feststoffe weiter herabzusetzen. Wenn ein Wirbelschichttrockner 113B verwendet wird, dann kann ein Heizfluid wie heißer Stickstoff über eine Leitung 114B in den Verteilerraum 115B eingeführt werden. Feuchtes Heizfluid kann über eine Leitung 115C aus dem Trockner 113B austreten.

- 20 Das Bisphenol-A-Produkt wird im Silo 120 gesammelt. Das wiedergewonnene Bisphenol-A-Produkt umfaßt wenigstens 99 Gewichtsprozent Bisphenol A, bevorzugter wenigstens etwa 99,7 Gewichtsprozent Bisphenol A, und noch bevorzugter wenigstens etwa 99,9 Gewichtsprozent Bisphenol A. Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel ist das Bisphenol A im Produkt lediglich einer Temperatur über 150°C hinaus ausgesetzt gewesen, während sich Phenol in molaarem Überschuß von Bisphenol A befand. Bei einem bevorzugteren Ausführungsbeispiel betrug die größte Prozeßtemperatur, der das Bisphenol A im Produkt ausgesetzt war, weniger als 150°C.

Anlagenexperimente

- 30 Es wurden in einer BPA-Anlage südlich von Bombay, Indien ("die indische Anlage" oder "der indische Prozeß") Experimente ausgeführt. Wie 1994–95 betrieben, umfaßte der indische Prozeß eine Reaktionszone, bei der ein Kationenaustauscherharz verwendet wurde, gefolgt von einer Kristallisationszone, die Adduktkristalle bildete. Die Adduktkristalle umfaßten ein molares Eins-zu-eins Verhältnis von Phenol und BPA. Die Adduktkristalle wurden aus der Ausgangslauge wiedergewonnen, in reinem Phenol wieder aufgelöst und in einer zweiten, identischen Kristallisationszone wieder kristallisiert. Die rekristallisierten Adduktkristalle wurden erneut wiedergewonnen und aufgeschmolzen, und das Phenol 35 wurde durch Verdampfen und Dampfstrippen entfernt, wonach das Endprodukt BPA auf einem trommelförmigen Flockenbildner verfestigt wurde. Die primäre und sekundäre Ausgangslauge wurden beide zur Reaktionszone zurückgeführt, nachdem sie in zahlreichen zugehörigen Funktionen des Prozesses behandelt und/oder verwendet worden waren. Das Reaktionswasser wurde aus dem System nach Entfernung kleiner Mengen von Kontaminationsphenol gereinigt. Das Ausgangsmaterial wurde aus einem zu Reinigungszwecken vorgesehenen Abzweigstrom von konzentrierten schweren 40 Verunreinigungen und Rest-BPA durch Behandlung in einem katalytischen Cracksystem wiedergewonnen. Nach einer solchen Behandlung wurden Polymere und nicht spaltbare schwere Verunreinigungen aus dem System abgezweigt. Es wurden frisches Aceton und Phenol zum System zugegeben, um die Mengen solcher Materialien zu kompensieren, die bei der Bildung von BPA verbraucht wurden und/oder als Abfall verloren gingen.

- 45 Beim indischen Prozeß wurden Aceton und Phenol in zwei aufeinanderfolgenden Reaktoren zur Reaktion gebracht. Der Reaktorabfluß strömt direkt zum primären Kristallisatorsystem, nachdem die Adduktkristalle aus der Ausgangslauge abgetrennt werden und in reinerem Phenol zur Rekristallisation im zweiten Kristallisatorsystem wieder aufgelöst werden. Die Adduktkristalle aus dem sekundären System werden von der reinen sekundären Ausgangslauge abgetrennt und werden dann geschmolzen. Die Majorität des Phenols in der Adduktkristallschmelze wird aus dem höhersiedenden BPA in einem Dünnschichtverdampfer verdampft, wobei eine BPA-Schmelze gelassen wird, die etwa 1–2% Restphenol 50 enthält. Dieses restliche Phenol wird in einer Füllkörperkolonne durch Strippen mit überhitztem Dampf entfernt. Die BPA-Schmelze wird auf einem trommelförmigen Flockenbildner verfestigt und unmittelbar in Säcke verpackt und in einem Lager gelagert.

- 55 Die Ausgangslauge aus dem Primärsystem enthält Wasser, Aceton, Verunreinigungen und Rest-BPA. Diese Ausgangslauge wird durch Vorwärmer in eine Verdampfungskammer geführt, wo das Wasser, Aceton und ein Teil des Phenols zu einem Dampf verdampft werden. Dieser Dampf wird einer Destillationskolonne zugeführt, um das Wasser und Aceton von dem einen niedrigeren Dampfdruck aufweisenden Phenol abzutrennen. Der Bodensatzstrom aus der Verdampfungskammer umfaßt eine Konzentration von Verunreinigungen und Rest-BPA in einem Phenolträger. Aus diesem Strom wird eine kleine Reinigungsmenge zu einer katalytischen Zersetzungzone genommen, wo das Phenol im oberen Bereich destilliert wird und das BPA und Verunreinigungen bei hoher Temperatur gespalten werden, um Phenol und Isopropenylphenol zu bilden. Das Phenol wird als Ausgangsmaterial wiedergewonnen und zur Reaktionszone zurückgeführt. Nicht-spaltbare "Hochsieder" und Polymere werden aus dem System als "Teere" zu Reinigungszwecken abgezweigt. Die Balance des Verdampfungsbodenstromes wird zur Reaktionszone zurückgeführt.

- 60 Das Phenol im Verdampfungsgefäßdampf wird in der Trockensäule kondensiert und ein Teil wird ggf. als das "reinere Phenol" verwendet, um die Adduktkristalle aus dem primären Kristallisationssystem wieder aufzulösen und um die Lösungszufuhr zur sekundären Kristallisationszone zu erzeugen. Die Balance des Phenols wird zur Reaktionszone zurückgeführt. Das Aceton, Wasser und eine kleine Menge an Phenoldampf werden direkt in eine zweite Destillationskolonne zugeführt, wo das Aceton als Destillat wiedergewonnen wird, und das Wasser und eine kleine Phenolmenge werden aus dem Kolonnenzumpf entfernt. Das Phenol wird aus dem Wasser in alternierenden Betten von absorzierenden Harzkugel-

DE 198 51 253 A 1

chen absorbiert. Das Wasser wird zu einem Biobehandlungsteich geführt und zu einer öffentlichen Wasserstraße abgeführt. Das absorbierte Phenol wird aus den Absorberbetten durch Waschen mit einem Teil des wiedergewonnenen Acetons entfernt. Diese Aceton- und Phenolströme werden zum Trockenturm zurückgeführt, um das Aceton und Wasser zu trennen. Die Balance des Acetons, die nicht zum Waschen der Absorberbetten verwendet wurde, wird zu den Reaktoren mit zusätzlichem Aceton zum Ersetzen des bei der Bildung des BPA verwendeten Acetons zurückgeführt.

Die Ausgangslauge aus der zweiten Kristallisierungszone wird dazu verwendet, die Kristalle aus der primären Kristallisierungszone zu waschen. Diese Ausgangslauge wird mit der primären Ausgangslaugenzufuhr zur Verdampfungskammer kombiniert.

Ersatzphenol zum Ersetzen des bei der Bildung des BPA verbrauchten Phenols wird mit dem Phenoldestillat aus der Adduktkristallschmelze gemischt, die durch den Dünnfilmverdampfer verarbeitet worden ist. Diese Mischung wird dazu verwendet, die Adduktkristalle aus der sekundären Kristallisierungszone zu waschen.

Das Wasser und Phenol aus dem Dampfstripperturm wird kondensiert und zum Trockenturm zugeführt.

Der indische Prozeß verwendet 160 Kubikmeter, als Aufnahmeverummen, von Kationenaustauscherharzkatalysator ohne Promotor, um 5.000 Tonnen/a BPA herzustellen. Die indischen Anlagenreaktoren werden in Reihe in einer Aufwärtsströmungsbetriebsart bei einer Planzuführungsrate von etwa 5 Tonnen/Stunde mit einer Umwälzung durch einen externen Kühlern mit einem Umwälzraten-zu-Zuführeranverhältnis von etwa 5 : 1 betrieben, womit so der Temperaturanstieg auf etwa 1–2 Grad Zentigrad begrenzt wird. Die Temperatur steigt von etwa 70 auf etwa 71–72 Grad Celsius an.

Die Reaktorzufuhr im indischen Prozeß enthält 13–15% BPA (Planung ist 10%) und 18–20% Gesamtverunreinigungen (Planung ist etwa 17%). Der Reaktorabfluß enthält etwa 28–29% BPA (Planung ist etwa 25%) und etwa 18–20% Gesamtverunreinigungen (Planung ist etwa 17%).

Die indischen Anlagenreaktorzuführungs- und -abflußströme sind feucht bei 0,8–1,0% bzw. etwa 1,9 bis 2,0% Wasser.

Beim indischen Prozeß liegt das zur Reaktorzone geschickte Gesamtaceton, basierend auf einer Nettoreaktorzuführung um 5,5–6 Prozent. Dieses Aceton wird aufgeteilt, wobei etwa 1/3 zum ersten Reaktor zugeführt wird und fast 2/3 zum zweiten Reaktor zugeführt wird (der Plan ist fast genau das Gegenteil). Es gibt dort einen Zuwachs von etwa 14 bis 15% BPA über die Reaktoren hinweg, der etwa 59–65% der Acetonzuführung verbraucht, was etwa 2–2,5% Aceton im Reaktorabfluß beläßt.

Der Reaktorabfluß beim indischen Prozeß wird direkt zur primären Kristallisierungszone geschickt. Die primäre Kristallisierungszone des indischen Prozesses umfaßt drei aufeinanderfolgende gerührte Schalenkopfdruckbehälter, von denen jeder eine interne Kühlsschlange und eine externe "Haft"- oder Halbrohrummantelung (d. h. eine Ummantelung mit einer Querschnittsform entsprechend wenigstens einem Teil eines Halbkreises) enthält. **Fig. 2** veranschaulicht diese Behälter. Jeder Behälter enthält zwei Sätze von Rührerblättern an einer einzigen Welle, einen etwa halb den Schaft hinunter und den anderen etwas oberhalb des Bodens des Gefäßes. Die Rührerblätter sind sämtlich flache, scharfkantige Platten, die in einem Winkel von 45 Grad angeordnet sind.

Es gibt keine Kühlung des Reaktorabflusses vor dem ersten Kristallisatorbehälter. Im ersten Kristallisator wird der Prozeß von etwa 70–71 Grad C bis etwa 55 Grad C gekühlt, im zweiten Kristallisator wird der Prozeß auf etwa 45 Grad C gekühlt und der dritte setzt die Prozeßtemperatur auf etwa 40 Grad C herab. Aufgrund von Leitungsverstopfungsproblemen, die durch schlechte Temperatursteuerung (schlechte Überwachungsinstallation und schlechte Wartung) herbeigeführt werden, wird der Prozeß wieder auf eine Temperatur von etwa 50–52 Grad erwärmt, um die Wirkungen von kalten Stellen an der Zuführungsleitung zu der Feststoff/Flüssigkeitsseparatoreinheit zu vermeiden.

Zusätzlich zu den oben aufgeführten Einzelheiten umfaßt die primäre Kristallisierungszone des indischen Systems zwei Standardzentrifugalpumpen mit hoher Drehzahl und drei Recycleströme, die sicherstellen, daß der gesamte Kristallschlamm wiederholt der Turbulenz der scharfkantigen Rührer und den Beanspruchungen innerhalb jeder der Zentrifugalpumpen ausgesetzt wird, und um sicherzustellen, daß der Anfangskristallisatorbehälter fortlaufend mit Kristallen aus dem letzten Kristallisatorbehälter geflutet wird.

Die obige Beschreibung der primären Kristallisierungszone ist auf die sekundäre Kristallisierungszone anwendbar. Darauf enthält das Gesamtsystem sechs in Reihe angeordnete Kristallisatoren mit scharfkantigen, flachen Plattenrührern, vier Zentrifugalpumpen und sechs Recycleströmen, die sämtlich entgegengesetzt zu der akzeptierten guten Praxis zur Unterstützung eines guten Kristallwachstums zu sein scheinen. Außerdem schwankten die Strömungspiegel und Temperaturen sämtlicher Einheiten häufig.

Wie bei einem solchen System zu erwarten gewesen wäre, war die Adduktkristall-Größenverteilung extrem klein, wobei sich Nebenachsen von etwa 6 µm bis etwa 30 µm und eine mittlere Nebenachse (Breite) auf einer kumulativen Volumenbasis von etwa 18 µm erstreckten. Siehe Kurve A in **Fig. 7**. Die x-Achse von **Fig. 7** zeigt eine Kristallbreite (in µm) und die y-Achse zeigt das kumulative Volumen für eine gegebene Probe in µm³. Das kumulative Volumen wurde durch die Gleichung berechnet: Kumulatives Volumen = Breite × Breite × Länge. Da die Dichte sämtlicher Kristalle in einer gegebenen Probe etwa gleich ist, ist dann die mittlere Breite, berechnet auf einer kumulativen Volumenbasis, gleich der mittleren Breite, berechnet auf einer kumulativen Gewichtsbasis. Die Kurven in **Fig. 7** waren von Hand gezogen, wobei die Datenpunkte von der indischen Anlage gesammelt wurden.

Beim indischen System werden die Adduktkristalle aus der primären Kristallisierungszone in einem Zentrifugalfilter wiedergewonnen, gefolgt von einer Wiederauflösung in Phenol. Diese Lösung wurde dann zur sekundären Kristallisierungszone überführt, die mit der primären Kristallisierungszone identisch ist, wo das Produkt als Phenol/Bisphenol-Addukt-kristalle rekristallisiert wird. Diese Kristalle werden wiedergewonnen und in einem zweiten Zentrifugalfilter gewaschen und die Kristalle werden zu einem Schmelzbehälter geführt, wo sie bei etwa 135–140 Grad C geschmolzen werden. Die Schmelze wird zu einem Dünnfilmverdampfer gepumpt, wo die Majorität des Phenols bei etwa 180 Grad C und etwa 30 bis 50 mmHg Absolutdruck entfernt wird. Das Produkt aus dieser Einheit enthält 1 bis 2% Phenol, das in einem anschließenden Turm durch Strichen mit überhitztem Dampf entfernt wird.

Das thermische und/oder katalytische Zersetzen (Zersetzung) des BPA und von Verunreinigungen beginnt im Dünnfilmverdampfer und setzt sich durch das folgende System bis zur Verfestigung fort.

Die Endproduktsschmelze wird auf einen trommelförmigen Flockenbildner verfestigt, aus dem das Flockenmaterial di-

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

rekt zu einem Abfülltrichter geht und in Säcke gefüllt wird, wenn das Flockenmaterial erzeugt wird.

Das geflockte Produkt hat eine Kontrollprobe von etwa 99,7 bis 99,8% BPA mit etwa 0,2 bis 0,3% Gesamtverunreinigungen. Das Ortho-Pra-Isomer des BPA ist in diesem Produkt gering. Phenol- und Reaktionsprodukte der Zersetzung scheinen die Majorität der Verunreinigungen zu bilden und im Dezember 1994 war die Produktfarbe von 40–50 APHA 5 das allergrößte Problem. "APHA" bezieht sich auf eine Farbskala, die von der American Public Health Association für Wasser bekanntgemacht wurde. Es wurden APHA-Farbmessungen unter Verwendung eines Klett-Summersett-Colorimeters ausgeführt, wobei Filter Nr. 42 verwendet wurde.

Das indische Produkt wurde als nicht annehmbar als Ausgangsmaterial zur Herstellung von Polycarbonatharzen von General Electric Plastics, einem größeren globalen Hersteller von Polycarbonatharzen, beurteilt, selbst wenn die Produktfarbe 15 APHA war.

Die Teilchen aus der indischen Anlage hatten Abmessungen und Formen ("Gesamtgestalten"), die als besonders schlecht betrachtet wurden. Experten des Standes der Technik nahmen die Position an, daß die indischen Überführungs-zentrifugalpumpen die Kristalle zu kleinen Teilchen schliffen. Diese Experten regten an, die Zentrifugalpumpen durch einen Typ einer für Schlämme konzipierten sanften Pumpe (z. B. einer Membranpumpe) zu ersetzen. Andere hatten den Verdacht, daß die Ursache für das Kristallschleifen die scharfkantigen, flachen Plattenrührer und die die Schlammströmung kontrollierenden Steuerventile einschlossen. Die indische Konstruktion schien besonders schlecht für ein kontrolliertes Kristallwachstum geeignet zu sein.

Gemäß herkömmlicher Einsicht wurden gewisse Verbesserungen versucht. Es wurden in der indischen Anlage Membranpumpen eingebaut und ein Frequenzwandler wurde eingebaut, um Rührerdrehzahlen zu verringern. Außerdem wurden Versuche gemacht, die Schwingungspegel und Temperaturen etwas zu modulieren und die Recycleströmungen anzuhalten oder zu reduzieren.

Es wurden Kristallproben entnommen, nachdem die obigen Verbesserungen gemacht wurden und das System einen stabilen Zustand erreicht hatte. Diese Proben zeigten im wesentlichen keine Änderung in der Kristallgrößenverteilung. Schlechter noch, eine Verschmutzung der Kühlflächen hatte signifikant aufgrund der verringerten Rührerdrehzahlen zu genommen. Das Betriebsintervall zwischen "Einschmelzungen" nahm wirksam ab und die Produktion begann, sich zu verringern. Klar arbeitete die "herkömmliche Einsicht" nicht für die indische Anlage.

Bei diesem Punkt wurde der Frequenzwandler dazu verwendet, die Rührerdrehzahl über die ursprüngliche Konzeption zu erhöhen. Die Betriebszeit zwischen Umschmelzungen nahm zu, was eine signifikante Zunahme bei der Wärmeübertragung anzeigen. Innerhalb eines Tages hatte sich die Zentrifugenleistung verbessert und die Produktion nahm um etwa 30% von etwa 13–14 Tonnen pro Tag auf 16–17 Tonnen pro Tag zu. Die ursprüngliche Plankapazität für die indische Anlage war 15 Tonnen pro Tag.

Es wurden wieder Addukt-kristalle von ausgewählten Stellen in den Kristallisatorstraßen als Probe entnommen. Die Analyse zeigte, daß die Kristallgröße signifikant zugenommen hatte, was optisch wenigstens 3–5 mal die Größe der Kristalle von der ursprünglichen Probe zu sein scheint, bei der die Kristallbreiten im Bereich von 6 bis 30 µm lagen.

Nach einiger Zeit wurden die Rührerdrehzahlen wieder auf fast das Maximum erhöht, was durch die Motorleistung ermöglicht war. Wieder nahm die Wärmeübertragung zu, wie durch eine weitere Vergrößerung der Betriebszeit zwischen notwendigen Umschmelzungen offensichtlich wurde, gefolgt von einer weiteren Verbesserung des Zentrifugenbetriebs. Die Produktion nahm auf 19–20 Tonnen pro Tag bei einer Gesamterhöhung von 40–45% über den Startpunkt und 27–33% der obigen Planung zu.

An dieser Stelle wurden Addukt-kristalle als Probe von sämtlichen 6 Kristallisatoren und den beiden Verdichterpumpenköpfen entnommen, die den Abfluß aus jeder Kristallisatorstraße aufnehmen, und aus denen die Zentrifugen gespeist werden. Die Proben zeigten ein fast vollständiges Fehlen irgendwelcher Teilchen, die als "Feinstpartikel" angesehen werden könnten. Es gab keine Teilchen mit Breiten oder einer Nebenachse unterhalb 60 µm aus irgendeiner der als Probe entnommenen Einheiten, und das kumulative Gewicht von Teilchen mit einer Nebenachse unter 80 µm ergab insgesamt 45 weniger als 1%. Die mittlere Breite der kleinsten Probenahme war 190 µm auf einer kumulativen Gewichtsbasis, und die mittlere Breite der größten Probennahme war 300 µm. Die mittleren Breiten der anderen sechs Probennahmen fielen zwischen diese beiden mit einer mittleren Breite von zwischen 220 und 240 µm.

Die am überraschendsten Datenwerte waren das Hauptachsen-zu-Nebenachsen-Verhältnis (d. h. das Längen-zu-Breiten-Verhältnis). Der Mittelwert der Verhältnisse für sämtliche Proben war 1,8 bis 2,0, was eine drastische Änderung der Kristallform zu kürzeren, robusteren Kristallen zeigt.

Proben des Kristallkuchens aus der den Schlamm auf der Primärkristallisatorstraße aufnehmenden Zentrifuge zeigte eine Gesamtphenolanalyse von 29 bis 30%, herunter von 35 bis 40% bei den früheren Proben (absolut sollten Trocken-kristalle 29,2% Phenol sein). Proben des Kristallkuchens aus der Zentrifuge, die den Schlamm aus der sekundären Kristallisatorstraße aufnimmt, zeigten einen etwas höheren Phenolgehalt von 30 bis 33%. Dieser höhere Gehalt war überraschend dahingehend, daß die Viskosität der primären Ausgangslauge signifikant höher als die Viskosität der sekundären Ausgangslauge gewesen sein sollte aufgrund des viel höheren Gehalts an Verunreinigungen (bei etwa 22 bis 25%) gegen nicht mehr als etwa 1% Verunreinigungen in der sekundären Ausgangslauge.

Die Produktfarbe hatte sich beträchtlich nach einigen Betriebsänderungen zu dem Verdampfungssystem vor dem Trocknungsturm verbessert. Die primäre Ausgangslauge mit hohen Verunreinigungen und hoher Farbe wird durch dieses System verarbeitet. Die Ausgangslauge wird in das Verdampfungssystem zugeführt und der oben befindliche Dampf wird zum Trockenturm zugeführt. Es wurde angenommen, daß diese Kopffaktion reines Phenol, Aceton und Wasserdampf war, aber es wurde gefunden, daß Farbkörper und Hochsieder ebenfalls im Kopfbereich strömten. Der Bodensatz aus dem Trockenturm wird ggf. als Lösungsmittel für die Addukt-kristalle aus dem primären System verwendet, wodurch die Lösungszufuhr zum sekundären System ausgeführt wird. Daher würden die Farbkörper, die mit dem Entspannungsdampf in den Trockenturm getragen wurden, ggf. in der sekundären Ausgangslauge enden und Farbe zum Produkt in direkter Proportion zur Menge der im Kuchen gelassenen Ausgangslauge beitragen.

Drei weitere Quellen von Farbkörpern und Verunreinigungen wurden gefunden und vor der Arbeit mit den Kristallisatoren abgemildert. Eine war das frische Phenol, wie es durch den Tanklaster gebracht wurde. Es stellte sich heraus, daß

DE 198 51 253 A 1

es hohe Farbe und Farbkörpervorläufer mit einem Dampfdruck sehr nahe Phenol hatte, wodurch eine Trennung von Phenol durch Destillation verhindert wurde. Es wurde ein Kationenbett eingebaut, um die Verunreinigung mit Phenol in Reaktion zu bringen, um eine Zusammensetzung zu bilden, die einen niedrigen Dampfdruck aufweist, der eine Trennung der Verunreinigung als Schwersieder durch Abdestillation des Phenols gestatten würde. Der Einbau und das Anfahren dieses Bettes wurden vor der Kristallisatorarbeit beendet.

Die zweite Farbkörperquelle ergab sich aus Korrosion, Eisen- und Produktzersetzung, die ein Ergebnis einer unzweckmäßigen Behandlung des Dampfkesselzuleitungswassers ergab und die zu etwa 30 ppm Chloriden im Dampf führte, die zum Strippen des Restphenols aus dem BPA vor der Flockenbildung verwendet wurden. Es konzentrierten sich Chloride im System, was zu einer Spannungsrißkorrosion des Trockeneturms aus rostfreiem Stahl und zur Katalysierung der Zersetzung von BPA bei hohen Temperaturen führte. Die Zersetzungprodukte reagierten zu Farbkörpervorläufern und Farbkörpern.

Die dritte Quelle für Verunreinigungen und Farbkörper stellte sich heraus als katalytisches Cracksystem zur Wiedergewinnung des Ausgangsmaterialwerts aus den schweren Verunreinigungen, die zu Reinigungszwecken aus dem Prozeß abgezweigt waren. Dieser Abzweigstrom wurde vom Bodenstrom des früher erwähnten Systems zum Verdampfen der primären Ausgangslauge vor dem Trockenurm entnommen. Der Zweck des Verdampfungssystems bestand zusätzlich zur Zuführung eines reinen Dampfstroms zum Trockenurm darin, einen Strom zu erzeugen, der konzentrierte Verunreinigungen enthielt, um hieraus den zu Reinigungszwecken vorgesehenen Abzweigstrom zum katalytischen Cracksystem abzuziehen. Es stellte sich heraus, daß das katalytische Cracksystem zunehmende Verluste in der Form von Hochsiedern erzeugte, die aus der Polymerisation von Verunreinigungen erzeugt wurde. Es wurden Farbkörpervorläufer, Farbkörper und Verunreinigungen zum System mit dem wiedergewonnenen Ausgangsmaterial zurückgeführt, was zu einer Zunahme der Verunreinigungskonzentration durch den Prozeß hinweg und einer außerordentlichen Zunahme der Farbe särmtlicher Prozeßströme führte. Dieser Betrieb wurde verbessert, um die Zurückführung von Verunreinigungen und Farbkörpern zu den Hauptprozeßströmen zu verringern. Dieser Betrieb wurde sogar vollständig für mehrere Monate abgestellt, was zur Herabsetzung der Farbe der Prozeßströme vor der Kristallgrößenverteilungsverbesserung beitrug.

Der kombinierte Effekt der oben beschriebenen Verbesserungen führte zu einer Verringerung der Produktfarbe von etwa 20 APHA ausgehend von der früheren hohen von 40 bis 50 APHA.

Mit der größeren Kristallgrößenverteilung und der verbesserten Form, der Flüssigkeitsentfernung des Kuchens sowohl in den primären und den sekundären Zentrifugen verbesserten sich bis zu der Stelle, bei der die Kuchenfarben tatsächlich niedriger als die Farbe der zum Waschen verwendeten Phenolströme war. Beispielsweise wurde das zum Waschen des Kuchens in der primären Zentrifuge verwendete Phenol ggf. auf eine Farbe von etwa 20 APHA verringert, aber der aus der Einheit abgeföhrt Kuchen hatte eine Farbe von 10 APHA, und der aus der sekundären Zentrifuge abgegebene Kuchen hatte eine Farbe von 5 APHA, sogar wenn er mit Phenol mit einer Farbe von 10 bis 15 APHA gewaschen wurde.

Es wird angenommen, daß die wie hier beschrieben erzeugten BPA/Phenol-Adduktikristalle eine vorläuferfreie Kombination von Größe und Form aufweisen. Diese Kristalle bilden einen Kuchen mit gewünschten Flüssigkeitsentfernungs-eigenschaften und Waschleistungen.

Ein ungewöhnliches Charakteristikum der hier umrissenen Entdeckungen besteht darin, daß die betriebliche Änderung (Turbulenz), die den Hauptkontrolleinfluß auf die Verbesserung der Kristallform zu haben scheint, auch eine sehr günstige Wirkung auf die Wärmeübertragung und daher die Produktionskapazität des Kristallisierungssystems hat. Der selbe Parameter, der bewirkt, daß das Kristall eine günstige Form annimmt, hat eine günstige Einwirkung auf die Systemkapazität.

Zur Änderung der Kristallform von lang und schlank auf kurz und stämmig scheint eine verhältnismäßig hohe Turbulenz benötigt zu werden. Es wird jedoch angenommen, daß die Intensität der Turbulenz knapp an dem sein muß, was zur Erzeugung einer spontanen oder sekundären Nukleierung benötigt wird. Es ist schwierig, die exakte optimale Turbulenz für irgendein gegebenes System aufgrund der Wirkungen von Grenzformen, den Merkmalen unterschiedlicher Rührwerke oder Pumpenflügelräder, Prozeßstromzusammensetzungen und -temperatur, dem Übersättigungsgrad, der Viskosität des Kristallisierungsmediums, Wirkungen der Kristalldichte etc. vorauszusagen. Die wirksamste Näherung scheint zu sein, die Beziehung zwischen dem Verhältnis der Kristallhauptachse zur Nebenachse in bezug auf das Rühren oder Umwälzen empirisch zu bestimmen. Um diese Bestimmung auszuführen, werden die Kristallgrößenverteilungsdaten für einen gegebenen Satz von Bedingungen genommen und ein Mittelwert der Haupt-zu-Nebenachsen-Verhältnisse wird für den Datensatz berechnet. Die Rührdrehzahl oder Umwälzrate wird dann vergrößert und es erfolgt wieder eine Systemprobennahme nach Erreichen des Gleichgewichts. Diese Schritte werden solange wiederholt, bis das Verhältnis der Haupt-zu-Nebenachse weiterhin abnimmt und auf keine sekundäre und/oder spontane Nukleierung gestossen wird. Die Kapazität der Kristallisatoreinheit hat die Tendenz, mit jeder Zunahme bei Rühren der Umwälzung zuzunehmen.

In einigen Systemen können zusätzliche Schritte ausgeführt werden, um die Kristallgrößenverteilung zu verbessern sowie die Form der Kristalle zu verbessern. Diese umfassen das Nachrüsten der Strömungsleitungen, um es zu ermöglichen, daß der Reaktorabfluß direkt zur Kristallisierungszone geht, statt daß das Reaktionswasser und Restaceton vor der Kristallisation entfernt werden. Diese Änderung hat die positive Wirkung, die Viskosität zur verringern, was die Wärmeübertragung bei niedrigeren Geschwindigkeiten vergrößern sollte und eine Optimierung der Turbulenz bei verringertem Leistungsverbrauch (zusätzlich zur Verbesserung des Kristallwachstums und der Größenverteilung) gestattet. Ein zusätzliches Verfahren, um die Kristallgrößenverteilung auf ein Maximum zu bringen, besteht darin, ein System zur teilweisen oder Gesamtreduktion/Zerstörung von Feinstpartikeln einzubauen.

Die Aufnahme dieser zusätzlichen Näherungen vergrößert dann die Kristallgrößenverteilung, jedoch können derartige Schritte auch einige negative Seiteneffekte haben. Die Zunahme der Wasserkonzentration in der Kristallisierungszone, die erfahren wird, wenn der Reaktorabfluß direkt als Kristallisierungsmedium verwendet wird, tragt auch dazu bei, die Lösbarkeit des BPA in der Ausgangslauge zu vergrößern, und könnte eine schädliche Wirkung auf die Wiedergewinnung des BPA pro Prozeßdurchlauf haben. Der Einbau eines Feinstpartikelreduktions- und/oder -zerstörungssystems führt dann zur Vergrößerung der Gesamtwärmelast auf dem Kristallisatorkühlsystem, wodurch die Kristallisatorkapazität negativ beeinflußt wird.

DE 198 51 253 A 1

Die Bestimmung, welches System oder Kombination von Systemen optimal für einen beliebigen gegebenen Prozeß sein wird, benötigt dann eine Analyse der Stärken und Schwächen des individuellen Systems.

Nachdem die oben im einzelnen angegebenen Verbesserungen am indischen Prozeß ausgeführt wurden, zeigten Probennahmen des Kuchens aus der primären Zentrifuge Kristalle, die mit einer Farbe von 10–15 APHA erzeugt wurden, einen Gesamtphenolgehalt von 30 bis 33%, Gesamtverunreinigungsgehalt von 0,13 bis 0,27% ausgehend von einer Ausgangslauge mit einer Farbe von 1.500 APHA, Restbisphenol von 12 bis 13% und Gesamtverunreinigungskonzentration von 20 bis 25% (ein Verunreinigungs/BPA-Verhältnis von 1,67/1 bis 1,92/1). Die oben beschriebene Kristallqualität wurde ausgehend von der oben beschriebenen Ausgangslauge hergestellt und die Kristalle kamen von einem Kuchen, der mit Phenol mit einer Farbe von 40 APHA (3 bis 4 mal der Farbe des sich ergebenden Kuchens) gewaschen wurde.

Diese Daten zeigen an, daß sich eine kleine Menge von Verunreinigungen innerhalb der Kristallstruktur selbst befindet und daß ein System, das Kristalle herstellt, die einen Kuchen mit guten Eigenschaften bilden, ein hochreines Produkt ausgehend von einer Ausgangslauge mit einer anscheinend übermäßig hohen Verunreinigungskonzentration erzeugen kann. Als solches ist ein Rückkopplungsbetrieb mit Qualitätskristallen und einem guten Kristallverarbeitungssystem, bei dem der "Rückstand"-BPA-Strom aus der sekundären Kristallisierungszone zu 100% zur primären Kristallisierungszone zurückgeführt wird, ein Entwicklungsfähiges Konzept. Dieser Betrieb mit geschlossenem Kreislauf ist im wesentlichen der Weg, in dem der indische Prozeß etwa 3 Monate lang während einer Zeitperiode lief, als das katalytische Cracksystem völlig abgeschaltet war. Es gab keine feststellbare Zunahme im System von entweder der Gesamtmasse von Verunreinigungen oder der mittleren Konzentration von Verunreinigungen während dieser gesamten Zeit, als die Reinigung von schweren Verunreinigungen aus dem System Null war.

Nach Erreichen des Gleichgewichts können kleine Mengen von Verunreinigungen in der Reaktionszone des Prozesses erzeugt werden oder nicht. Außerdem beruht ein signifikanter Teil dieser kleinen Verunreinigungsmenge, die in der Reaktionszone gebildet werden kann, sehr wahrscheinlich auf der Reaktion einiger der Zersetzungspprodukte, die in einem anderen Bereich der Anlage erzeugt wurden. Es wird angenommen, daß in der indischen Anlage der katalytische Zersetzungsschnitt des Systems Ausgangsmaterial zerstörte, statt es wiederzugewinnen. Es wird außerdem angenommen, daß dieses System den Hauptprozeß mit schweren Verunreinigungen und Farbkörpern (und vielleicht Farbkörpervorläufern) wahrscheinlich mit einem größeren Ausmaß als irgend eine andere einzelne Quelle kontaminierte.

Ein wirksames Verfahren zur Entfärbung von Prozeßströmen in der indischen Anlage umfaßte das Führen des Stromes durch ein "gemischtes" Bett von Kationen- und Anionenaustauscherharzen. Dieses Bett war nicht tatsächlich gemischt, da sich das Anionenharz unten und das Kationenharz oben befand. Diese Behandlung stellte sich als weitaus effektiver als die Behandlung mit entweder dem Kationen- oder Anionenaustauscherharz alleine heraus. Sie arbeitete sehr wirksam zur Herabsetzung der Farbe der gesamten Prozeßströme.

Mehrere Male wiederholte Laborreaktionen zeigten, daß die Beibehaltung von Kontakt von Reaktionsmischungen mit dem Katalysator, nachdem das Aceton auf einen sehr niedrigen Pegel reagiert hatte, zu einer raschen Zunahme der Bildung von Verunreinigungen, allgemein zu Lasten von BPA, führen kann. Bedingungen, die dieses Phänomen zu steigern scheinen, sind verhältnismäßig hohe BPA-Konzentrationen und entsprechend niedrige Verunreinigungskonzentrationen, die darauf hinauslaufen, Gleichgewichtskräfte am Werke zu zeigen. Dieses Phänomen wurde in Reaktionen unter Verwendung sämtlicher getesteter Kationenaustauscherharz-Katalysatoren beobachtet, ungeachtet dessen, ob das Harz mit Promotor war oder nicht.

Es scheint, daß eine enge Regelung der Acetonkonzentration am Ende der Reaktion und eine Begrenzung des Kontakts von Reaktionsprodukten mit dem Katalysator nach Beendigung der Reaktion wünschenswerter sein kann, als die Reaktion auf Null Restaceton zu drücken.

Verschiedene BPA-Hersteller scheinen unterschiedliche Grenzen für die Verunreinigung und BPA-Konzentrationen für eine gute oder akzeptable Kristallisatorleistung zu setzen. Einige Hersteller versuchen, die BPA-Konzentrationen auf nicht mehr als 20% in der Kristallisatorzuführung zu halten, während andere, die früher die Konzentration bei etwa 30% betrieben, nun die Grenze auf etwa 25% in der Kristallisatorzuführung herabgesetzt haben. Als solches ist es überraschend, daß Adduktkristalle mit der Größe derjenigen, die im modifizierten indischen System gewachsen sind, aus einer Zufuhrflüssigkeit, enthaltend 29% BPA und 20% Verunreinigungen wachsen konnten (diese Zahlen basieren auf der Gesamtstromzusammensetzung).

Bei der indischen Anlage zeigten die Adduktkristalle, die vor den Modifikationen hergestellt wurden, eine Größenverteilung auf der Nebenachsenabmessung von weniger als etwa 6 µm bis etwa 30 µm mit einem kumulativen Mittelwert von etwa 18 µm. Nach der Modifikation stellte das System die zuvor beschriebenen kurzen stämmigen Kristalle mit einem Haupt-zu-Nebenachsen-Verhältnis von 1,8 zu 2,0 her. Von sämtlichen der 6 Kristallisatoreinheiten und den beiden folgenden Verdichtertöpfen von denen Proben genommen wurden, hatten die gefundenen kleinsten gemessenen Partikel mehr als 60 µm auf der Nebenachse und die größten gefundenen Partikel hatten eine Nebenachse von 460 µm. Die für jede der 8 Einheiten gemessene Nebenachse, mittlere kumulative Gewichtsprozente, betrug etwa 190 µm und die größte war etwa 300 µm. Der Mittelwert für sämtliche Probennahmen der 8 Einheiten lag bei etwa 240 µm. Diese Kristalle wurden aus der oben beschriebenen Zuführung erzeugt, die etwa 29% BPA und 20% Gesamtverunreinigungen enthielt.

Wie bei der Prozeßbeschreibung früher beschrieben wurde, bestand die Reinigungszone des Prozesses aus zwei Kristallisierungszenen, die jeweils drei aufeinanderfolgende Kristallisatoren und einen Verdichtungstopfaufnehmer enthielten. Die Kristallisatoren waren in der Form ähnlich denjenigen, die in Fig. 2 gezeigt sind. Der Verdichtungstopf, M-203, aus den ersten drei aufeinanderfolgenden Kristallisatoren, bezeichnet als "Abschnitt 200", speiste das erste oder primäre Feststoff/Flüssigkeitstrennsystem und die aus dieser Zone wiedergewonnenen Adduktkristalle wurden in "reinem Phenol" wieder aufgelöst und dann in den zweiten drei aufeinanderfolgenden Kristallisatoren, bezeichnet als "Abschnitt 300", wieder kristallisiert.

Die "Abschnitt 200"-Einheiten umfaßten den ersten Kristallisator, K-115, den zweiten Kristallisator, K-201, den dritten Kristallisator, K-202, und den Verdichtungstopfaufnehmer, M-203. Die "Abschnitt 300"-Einheiten umfaßten den ersten Rekristallisator, K-208, den zweiten Rekristallisator, K-301, den dritten Rekristallisator, K-302, und den Verdichtungstopfaufnehmer, M-303. Das Temperaturprofil in beiden Straßen beginnt bei 55 bis 60 Grad C und fällt in jeder dar-

DE 198 51 253 A 1

auffolgenden Einheit auf 40 bis 43 Grad C in den letzten Einheiten ab. Die unteren Temperaturen entsprechen allgemein dem Abschnitt 200 und die höheren Temperaturen entsprechen dem Abschnitt 300.

Die Intuition würde dazu neigen anzuregen, daß man ein Kristallwachstum und eine Größenverteilungszunahme sehen würde, wenn der Schlamm sich durch die Systeme fortbewegte, aber die Proben unterstützen dies weder im Abschnitt 200, noch im Abschnitt 300. Im ersten Kristallisator des Abschnitts 200, K-115, betrug die mittlere Breite der Kristalle um 245 µm, die mittlere Breite des zweiten Kristallisators, K-201, lag bei etwa 300 µm, aber die mittlere Breite des dritten Kristallisators, K-202, fiel zurück auf 220 µm. Die mittlere Breite der Probennahme des Aufnahmetopfes, M-203, der keine Kühlung hatte, lag zurück bis etwa 245 µm (d. h. im wesentlichen gleich wie die erste Einheit, K-115). Die mittlere Breite für die Probennahme der ersten der Abschnitt 300-Einheiten, K-208, stellte sich als die größte des gesamten Abschnittes 300 bei etwa 265 µm heraus, wobei die zweite Einheit, K-301, die kleinste bei etwa 190 µm aufweist. Der Mittelwert nahm leicht auf etwa 200 µm in der dritten Kristallisatoreinheit, K-302, zu, endend bei etwa 225 µm im Aufnahmetopf, M-303 (siehe folgende Tabelle):

Einheit	kleinste Partikelbreite (µm)	größte Partikelbreite (µm)	kumulative Gew.-% mittlere Breite (µm)	mittleres Hauptachsen-zu-Nebenachsen-Verhältnis
K-115	>80	~355	~245	2,3
K-201	>80	~460	~300	1,7
K-202	>60	~310	~220	1,8
M-203	>60	~335	~245	1,9
K-208	>80	~385	~265	2,0
K-301	>60	~250	~190	2,2
K-302	>80	~320	~215	2,0
K-303	>80	~320	~225	1,9

Die obigen Daten scheinen kein regelmäßiges progressives Kristallwachstum anzuzeigen, wenn der Schlamm durch entweder das System 200 oder das System 300 fortschreitet. Die Daten haben auch die Tendenz zu zeigen, daß die Verunreinigungskonzentration in der Zuführung, wenigstens bis etwa 20% Verunreinigungen, wenig oder keine schädliche Wirkung auf das Kristallwachstum hat. Diese Daten zeigen, daß die aus der Zuführung, die etwa 20% Verunreinigungen und etwa 29% BPA (die Zufuhr zum Abschnitt 200) enthielt, aufgewachsenen Kristalle die Tendenz hatten, etwas größer als Kristalle zu sein, die aus einer Zuführung mit einer Verunreinigungskonzentration im Bereich von etwa 1–2% und einer BPA-Konzentration von etwa 35% (der Zuführung zum Abschnitt 300) aufgewachsen waren.

Die folgenden drei Ausführungsbeispiele stellen Experimente dar, die in der indischen Anlage durchgeführt wurden. Das Verfestigungssystem der indischen Anlage ist darauf gerichtet, Adduktkristalle zu bilden, die Bisphenol A und etwa 30 Gewichtsprozent Phenol enthalten. Obwohl die Ausführungsbeispiele äquivalente Systemeigenschaften aufweisen, wird jedes Ausführungsbeispiel auf eine unterschiedliche Weise, wie untenstehend beschrieben, ausgeführt. Das Ausführungsbeispiel A ist das sanfteste der Ausführungsbeispiele, wobei es die niedrigste Umwälzrate und die größte Temperaturdifferenz (etwa 15°C) zwischen dem Kühlmedium und dem umgewälzten Strom aufweist. Das Ausführungsbeispiel B ist durch eine stark vergrößerte Umwälzrate gegenüber dem Ausführungsbeispiel A gekennzeichnet derart, daß ein Turbulenzpegel im umgewälzten Strom erzielt wird. Das Ausführungsbeispiel B hat eine geringere Temperaturdifferenz (etwa 5°C) zwischen dem Kühlmedium und dem umgewälzten Strom, als dies beim Ausführungsbeispiel A der Fall ist. Das Ausführungsbeispiel C hat einen erhöhten Pegel an kontrollierter Turbulenz in bezug auf das Ausführungsbeispiel B und hat eine niedrigere Temperaturdifferenz (etwa 3°C) zwischen dem Kühlmedium und dem Strom 34 (siehe Fig. 2), als dies beim Beispiel B der Fall ist. Das Ausführungsbeispiel C umfaßt weiter ein Feinstpartikelsystem 31, um einen Teil des umgewälzten Stromes zu erwärmen. Ausgewählte physikalische Eigenschaften der in jedem dieser Ausführungsbeispiele gebildeten Feststoffe fielen in die untenstehend zusammengefaßten Bereiche.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

	Ausführungs- beispiel A	Ausführungs- beispiel B	Ausführungs- beispiel C
5 Gesamtverun- reinigung im Kuchen (%)	unbekannt	0,4%-0,5%	0,1%-0,2%
10 Mittlere Kri- stallbreite (kumulative Gew.-%-Basis, μm)	18	140	240
15 Mittleres Längen-zu- Breiten-Ver- hältnis	3-5	2-3	1,8-2
20 Freier Flüs- sigkeitsge- halt des Feststoff- kuchens (%)	10%-11%	3%-6%	1%-1,5%
25			
30			
35			

Die obigen Daten veranschaulichen die signifikante Verbesserung der physikalischen Eigenschaften der gebildeten Feststoffe, die beobachtet werden kann, wenn eine kontrollierte Turbulenz verwendet wird. Der optimale Turbulenzpegel und die exakten physikalischen Eigenschaften der gebildeten Feststoffe für ein spezielles System sind abhängig von einer Anzahl von Faktoren wie oben erwähnt und können sich unter Ausführungsbeispielen der Erfindung ändern.

Ein weiterer Prozeß, der ausgeführt werden kann, ist wie folgt beschrieben. Die Adduktikristalle aus der primären Kristallisationszone werden bei 60 Grad durch Zusatz von Wasser gelöst. Die Temperatur der Mischung wird auf etwa 135 Grad C gebracht und die Mischung wird sofort in eine Verdampfungskammer eingeführt, wo das meiste des Phenols und etwas vom Wasser als Dampf im wesentlichen sofort bei 100 bis 110 Grad C entfernt wird, wobei eine Flüssigkeitsphase bestehend aus Wasser und etwas Phenol in Lösung in BPA-Schmelze bei 100 bis 110 Grad C gelassen wird. Die Flüssigkeitsphase tritt nach unten durch eine Destillationskolonne, wobei verbleibendes Phenol aus der Flüssigkeit durch am Boden der Kolonne eingeführten Dampf gestripppt wird.

BPA/Wasserschmelze, die etwa 85% BPA und 15% Wasser enthält, tritt am Boden der Kolonne bei 100 bis 110 Grad C aus. Sie wird in eine sekundäre Kristallisationszone eingeführt, wo die Temperatur auf 94-98 Grad C durch Zugabe von temperaturgeregeltem Wasser verringert wird, um die empfindliche Wärme und Kristallisationswärme zu absorbieren, oder durch Zusatz von überschüssigem heißem Wasser unter Verwendung einer Verdampfungskühlung, um die Wärme zu entfernen (oder eine Kombination von beidem). Große rhombische Kristalle mit hochreinem BPA können durch Filtration oder Zentrifugierung oder dergleichen wiedergewonnen werden. Die Kristalle können von den 1 bis 2 Prozent Restfeuchtigkeit getrocknet werden, um das BPA-Endprodukt zu ergeben.

Eine Sammlung von Daten, die sich auf einige der oben erwähnten Systeme beziehen, folgt.

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-115

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#2	(4.3)	499	115	6,599,275	19,277,847	2.4%
#1	(3.5)	432	125	6,728,417	26,006,264	3.3%
#25	(3.6)	518	144	10,749,542	36,755,806	4.7%
#33	(3.1)	470	154	11,098,128	47,853,935	6.1%
#14	(2.5)	403	163.2	10,738,925	58,592,860	7.4%
#12	(3.1)	528	173	15,765,996	74,358,851	9.4%
#16	(2.9)	509	173	15,192,687	89,551,542	11.4%
#18	(2.2)	384	173	11,466,179	101,017,721	12.8%
#24	(2.2)	394	182	13,094,978	114,112,699	14.5%
#10	(2.8)	518	182	17,171,482	131,284,180	16.7%
#5	(2.2)	413	192	15,217,459	146,501,639	19%
#23	(1.4)	288	202	11,705,057	158,206,697	20%
#7	(1.6)	317	202	12,875,563	171,082,260	22%
#29	(2.1)	422	202	17,167,417	188,249,677	24%
#3	(2.2)	460	211	20,479,660	208,729,337	26%
#4	(2.0)	451	221	21,997,191	230,726,528	29%
#9	(1.3)	288	221	14,040,760	244,767,288	31%
#15	(2.0)	432	221	21,061,140	265,828,428	34%
#26	(1.7)	394	230	20,893,925	286,722,254	36%
#19	(2.1)	490	230	25,990,004	312,712,359	40%
#35	(2.5)	624	250	38,875,300	351,587,659	45%
#22	(2.0)	499	250	31,087,780	382,675,439	49%
#32	(1.9)	499	259	33,538,572	416,214,011	54%
#17	(1.7)	432	259	29,013,764	445,237,776	56%
#31	(1.5)	384	259	25,798,902	471,036,697	60%
#13	(2.1)	538	259	36,118,462	507,155,140	64%
#20	(1.5)	413	278	31,994,708	539,149,848	68%
#21	(1.6)	470	288	39,016,858	578,166,705	73%
#28	(2.3)	672	298	59,516,191	637,682,896	81%
#11	(1.3)	394	298	34,859,488	672,542,379	85%
#30	(1.5)	480	317	48,173,875	720,716,254	91%
#8	(1.5)	538	355	67,827,401	788,543,655	100%

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-208

	KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
5	#5	2.5	192	76.8	1,132,462	1132462	0.1%
10	#38	4.3	412.8	96.0	3,804,365	4,936,827	0.5%
15	#9	2.7	288	105.6	3,211,591	8,148,418	0.8%
20	#16	1.8	201.6	115.2	2,675,462	10,823,860	1.1%
25	#18	1.9	220.8	115.2	2,930,246	13,754,106	1.4%
30	#45	2.3	268.8	115.2	3,567,255	17,321,361	1.8%
35	#34	3.8	480	124.8	7,476,019	24,797,380	2.6%
40	#30	1.7	211.2	124.8	3,289,449	28,086,829	2.9%
45	#13	1.7	211.2	124.8	3,289,448	31,376,277	3.2%
50	#31	3.8	508.8	134.4	9,190,638	40,566,915	4.2%
	#43	2.1	288	134.4	5,202,248	45,769,163	4.7%
	#26	1.7	249.6	144.9	5,175,705	50,944,868	5.2%
	#22	2.3	326.4	144.0	6,768,231	57,713,099	5.9%
	#11	2.8	403.2	144.0	8,360,755	66,073,854	6.8%
	#8	1.3	192	144.0	3,981,312	70,055,166	7.2%
	#17	2.0	307.2	153.6	7,247,757	77,302,923	8%
	#40	1.9	288	153.6	6,794,773	84,097,696	8.6%
	#4	3.1	508.8	163.2	13,551,501	97,649,197	10%
	#1	2.0	326.4	163.2	8,693,416	106,342,613	11.0%
	#27	1.7	288	172.8	8,599,634	114,942,247	11.8%
	#32	1.8	336	182.4	11,178,639	126,120,886	13%
	#6	2.4	489.6	201.6	19,898,598	146,019,484	15%
	#7	1.4	288	201.6	11,705,056	157,724,540	16%
	#24	1.7	355.2	211.2	15,843,853	173,568,393	17.9%

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#19	2.3	489.6	211.2	21,838,824	195,407,217	20%
#20	2.0	451.2	220.8	21,997,191	217,404,408	22.4%
#3	2.2	480	220.8	21,410,611	238,815,019	24.6%
#2	2.0	441.6	220.8	19,597,762	258,512,781	26.6%
#46	2.0	489.6	240.0	28,200,960	286,713,741	29.5%
#39	1.6	384.9	240.0	22,118,600	308,832,141	31.8%
#10	1.9	460.8	240.0	26,542,080	335,374,221	34.5%
#25	1.4	345.6	249.6	21,530,935	356,905,156	36.7%
#33	1.5	364.8	249.6	22,731,099	379,632,255	39%
#36	2.1	537.6	259.2	36,114,462	415,750,717	42.8%
#23	1.9	489.6	259.2	32,893,600	448,644,317	46%
#12	1.7	460.8	268.8	33,289,385	481,933,702	49.6%
#15	1.8	470.4	268.8	33,993,018	515,926,720	53%
#21	1.5	393.6	268.8	28,438,954	544,365,674	56%
#28	1.9	499.2	268.8	36,068,918	580,434,592	59.7%
#35	1.7	460.8	268.8	33294385	613,728,977	63%
#37	1.7	528	307.2	49,828,331	663,557,308	68.2%
#42	1.4	432	307.2	40,768,635	704,325,943	72.6%
#29	1.6	499.2	316.8	50,100,830	754,426,773	77.6%
#14	1.6	499.2	316.8	50,100,871	804,527,604	82.7%
#41	1.9	672.0	345.6	80,263,249	884,790,853	91%
#44	1.6	595.2	384.0	87,765,812	972,556,665	100%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-301

	KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GEWICHTS-%
#9	3.9	259.2	67.2	1,170,506	1,170,506	0.27%	
#4	3.4	355.2	105.6	3,960,963	5,131,469	1.2%	
#19	3.0	310.8	105.6	3,532,751	8,664,220	2.0%	
#31	2.0	211.2	105.6	2,355,167	11,019,387	2.5%	
#20	2.8	316.8	115.2	4,204,265	15,223,652	3.5%	
#18	3.3	384.0	115.2	5,096,080	20,319,732	4.7%	
#3	2.1	240	115.2	3,185,049	23,504,781	5.4%	
#30	3.2	403.2	124.8	6,279,856	29,784,637	6.8%	
#40	3.4	460.8	134.4	8,323,597	38,108,234	8.8%	
#35	1.8	240	134.4	4,335,206	42,443,440	9.8%	
#32	2.6	345.6	134.4	6,241,698	48,686,137	11.2%	
#27	2.8	374.4	134.4	6,762,922	55,449,059	12.8%	
#24	1.4	192.0	134.4	3,468,165	58,917,224	13.6%	
#8	2.5	336	134.4	6,069,289	64,986,513	15%	
#7	2.6	345.6	134.4	6,247,698	71,228,211	16.4%	
#6	1.6	211.2	134.4	3,815,981	75,044,192	17.3%	
#15	2.9	393.6	134.4	7,109,739	82,153,931	19%	
#16	2.6	374.4	144.0	7,763,558	89,917,489	20.7%	
#33	1.6	230.4	144.0	4,777,574	94,695,063	21.8%	
#39	1.5	211.2	144.0	4,379,443	99,074,506	22.8%	
#11	2.5	374.4	153.6	8,833,205	10,790,711	25%	
#2	1.4	220.8	163.2	5,830,840	113,788,551	26.2%	
#25	2.2	355.2	163.2	9,460,482	123,249,033	28.4%	
#12	3.3	537.6	163.2	14,318,568	137,567,601	31.6%	

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#22	1.7	288	172.8	8,599,633	146,167,234	33.6%
#21	2.7	460.8	172.8	13,759,415	159,926,649	36.8%
#14	1.9	336	172.8	10,032,906	169,959,555	39.1%
#13	1.9	326.4	172.8	9,746,252	179,705,807	41%
#12	1.8	326.4	182.4	10,859,249	190,565,056	43.8%
#36	1.8	326.4	182.4	10,859,249	201,424,305	46.3%
#37	1.9	355.2	182.4	11,817,418	213,241,725	49%
#26	1.6	307.2	192	11,324,620	224,566,246	51.6%
#28	1.7	345.6	201.6	14,046,068	238,612,414	55%
#29	1.2	259.2	211.2	11,561,730	250,174,144	57.5%
#23	2.0	412.8	211.2	18,413,126	268,587,270	61.8%
#17	1.8	384	211.2	16,950,067	285,715,759	65.7%
#5	2.0	441.6	220.8	21,529,166	30,244,925	70.7%
#41	1.8	403.2	230.4	21,403,533	328,648,458	75.6%
#1	2.1	480	230.4	25,480,397	354,128,855	81%
#34	2.2	518.4	240.0	29,859,840	383,988,695	88.3%
#10	1.6	384	240.0	22,118,400	406,107,095	93%
#38	1.8	460.8	249.6	28,707,914	434,815,008	100%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-302

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULA-TIVE GE-WICHTS-%
#3	2.4	182.4	76.8	1,075,839	1,075,839	0.2%
#5	4.3	374.4	86.4	2,794,881	3,870,720	0.7%
#24	2.8	240	86.4	1,791,590	5,662,310	1.0%
#1	2.3	259	115.2	3,439,854	9,102,164	1.7%
#32	2.7	307	115.2	4,076,863	13,179,027	2.4%
#18	2.3	288	124.8	4,485,612	17,664,639	3.2%
#23	3.3	442	134.4	7,976,779	25,641,419	4.7%
#37	2.9	384	134.4	6,936,330	32,577,749	6.0%
#31	2.1	307	144	6,370,099	38,947,848	7.1%
#2	2.4	346	144	7,166,362	46,114,210	8.4%
#12	1.3	202	153.6	4,756,341	50,870,551	9%
#8	1.9	317	163.2	8,437,727	59,308,278	10.8%
#13	1.8	288	163.2	7,670,661	66,978,939	12.2%
#22	1.2	355	163.2	9,460,482	76,439,421	14%
#39	1.9	336	172.8	10,032,906	86,472,327	15.8%
#19	1.7	298	172.8	8,886,288	95,358,615	17.4%
#11	1.6	269	172.8	8,026,325	103,384,940	18.9%
#10	1.5	259	172.8	7,939,671	111,124,611	20%
#25	1.5	269	182.4	8,942,911	120,067,522	21.9%
#26	2.1	384	182.4	12,775,587	132,843,109	24.3%
#27	1.7	317	182.4	10,539,860	143,382,969	26.2%
#28	2.2	403	182.4	13,414,367	156,797,336	28.7%
#30	2.1	384	182.4	12,775,587	169,572,923	31%
#33	1.5	269	182.4	8,942,911	178,515,834	32.6%

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#35	1.7	317	192	11,685,888	190,201,721	34.8%
#9	2.1	394	192	14,518,831	204,720,553	37.4%
#6	2.4	461	192	16,997,656	221,718,209	40.5%
#4	2.3	461	201.6	18,736,220	240,454,429	43.9%
#17	1.4	288	201.6	11,705,057	252,159,486	46%
#16	1.7	384	220.8	18,721,014	270,880,500	49.5%
#29	1.5	336	220.8	18,380,887	287,261,387	52.4%
#34	1.6	374	230.4	19,853,476	307,114,863	56%
#35	1.5	365	240	21,024,000	328,138,863	60%
#15	1.4	346	240	19,929,600	348,068,463	63.6%
#20	1.7	413	249.6	25,729,966	373,798,429	68%
#21	2.2	566	259.2	38,026,506	411,824,935	75%
#7	2.0	596	297.6	52,696,627	464,521,562	84.9%
#14	1.4	413	297.6	36,577,659	501,099,221	91.5%
#38	1.5	461	316.8	46,266,993	547,316,214	100%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-303

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#18	2.5	240	96	2,211,840	2,211,840	0.4%
#09	2.0	211	106	2,352,937	4,564,777	0.9%
#22	3.8	403	106	4,493,998	9,058,775	1.8%
#27	2.5	259	106	2,888,202	11,946,977	2%
#07	1.8	230	125	3,582,259	15,529,236	3%
#15	2.3	307	134	5,545,452	21,074,688	4%
#05	1.9	269	144	5,577,984	26,652,672	5.4%
#12	1.6	230	144	4,769,280	31,421,952	6%
#08	1.4	230	163	6,125,875	37,547,827	7.6%
#11	1.8	288	163	7,670,661	45,218,488	9.1%
#13	1.4	221	163	5,886,167	51,104,655	10%
#24	2.1	355	173	10,600,243	61,704,898	12%
#16	2.0	365	182	12,143,462	73,848,361	14.8%
#06	1.4	250	182	8,317,440	82,165,801	17%
#265	2.0	374	192	13,787,136	95,952,937	19%
#19	2.4	480	202	19,508,429	115,461,365	23.2%
#23	1.5	307	202	12,477,266	127,938,631	26%
#30	1.6	336	211	14,987,428	142,926,059	28.7%
#28	1.6	346	211	15,433,482	158,359,541	32%
#02	1.7	384	221	18,721,014	177,088,555	35.6%
#03	1.9	413	221	20,134,840	197,215,396	39.6%
#25	1.6	355	221	17,307,187	214,522,583	43%
#01	3.0	720	240	41,472,000	255,994,583	51.5%
#19	2.4	586	240	33,753,600	289,748,183	58%
#29	1.5	374	250	23,300,260	313,048,443	63%
#17	1.6	394	250	24,564,263	337,594,706	68%
#04	1.4	403	288	33,426,432	371,021,138	74.6%
#10	1.8	528	288	43,794,432	414,815,570	83.4%
#20	1.5	442	288	36,661,248	451,476,818	91%
#21	1.3	432	326	46,023,967	497,500,785	100%

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-201

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#	1.67	124.5	57.6	414,056	414,056	0.06%
#	2.43	163.2	67.2	736,785	1,156,841	0.16%
#	3.18	336.0	105.6	3,746,856	4,863,697	0.69%
#	1.91	201.6	105.6	2,248,114	7,111,811	1.01%
#	2.55	268.8	105.6	2,997,485	10,109,299	1.43%
#	1.64	172.8	105.6	1,926,955	12,036,254	1.70%
#	1.67	192.0	115.2	2,548,039	14,584,293	2.06%
#	1.70	326.4	115.2	4,331,667	18,915,960	2.68%
#	1.93	259.2	134.4	4,682,022	23,597,982	3.34%
#	3.33	480.0	144.0	9,953,280	33,551,262	4.75%
#	1.87	268.5	144.0	5,573,836	39,125,098	5.54%
#	2.00	288.0	144.0	5,971,968	45,097,066	6.38%
#	1.73	249.6	144.0	5,175,705	50,272,721	7.11%
#	2.13	307.2	144.2	6,370,099	56,642,820	8.02%
#	1.76	288.0	163.2	7,670,661	64,313,531	9.10%
#	2.35	384.0	163.2	10,227,548	74,541,079	10.55%
#	1.50	259.2	172.8	7,739,670	82,280,749	11.65%
#	2.00	345.6	172.8	10,319,560	92,600,309	13.11%
#	2.78	480.0	172.8	14,332,723	106,933,032	15.14%
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	119,319,336	16.89%
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	131,705,640	18.66%
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	144,091,944	20.39%
#	1.52	307.2	201.6	12,495,394	156,577,338	22.16%
#	1.90	384.0	201.6	15,606,743	172,184,081	24.37%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULA-TIVE GE-WICHTS-%
5	# 1.45	307.2	211.2	13,702,791	185,886,872	26.63%
	# 2.14	451.2	211.2	20,125,974	206,012,846	29.16%
10	# 1.67	384.0	230.4	20,384,317	226,327,163	32.03%
	# 1.72	480.0	278.4	37,203,148	263,530,311	37.30%
15	# 1.70	489.6	288.0	40,609,381	304,134,692	43.05%
	# 1.50	432.0	288.0	35,831,808	339,971,500	48.12%
20	# 1.33	384.0	288.0	31,850,496	371,821,996	52.12%
	# 1.34	451.2	336.0	50,938,625	422,760,621	59.98%
25	# 1.19	480.0	403	78,033,715	500,794,350	70.9%
	# 1.33	537.6	403.2	87,397,761	588,192,091	83.3%
	# 1.21	556.8	460.5	118,229,041	706,421,138	100%

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-202

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMMЕ VON (B ²)(L)	KUMULATIVЕ GE-WICHTS-%
#33	1.50	288	76.8	7,166,361	7,166,361	0.1%
#34	2.50	192.0	76.8	1,585,446	8,751,807	1.2%
#6	2.80	268.8	96.0	2,477,260	11,229,067	1.6%
#12	1.67	172.8	105.6	1,926,955	13,156,022	1.9%
#30	1.73	182.4	105.6	2,034,008	26,419,097	3.7%
#45	2.50	288.0	115.2	3,822,059	30,241,156	4.3%
#21	3.42	393.6	115.2	5,223,481	35,464,637	5.0%
#35	1.54	192.0	124.8	2,990,407	38,455,044	5.6%
#11	2.05	278.4	134.4	5,028,839	43,483,883	6.1%
#2	1.80	259.2	144.0	5,374,771	48,858,654	6.9%
#9	2.00	288.0	144.0	5,971,968	54,830,622	7.7%
#32	2.40	345.6	144.0	7,166,361	61,996,983	8.7%
#44	1.94	297.6	144.0	6,171,033	68,168,016	9.6%
#7	2.00	307.2	153.6	7,243,038	75,411,054	10.6%
#36	2.19	336.0	153.6	7,927,234	83,338,288	11.7%
#43	1.94	297.6	152.6	7,021,269	90,359,557	12.7%
#47	3.14	480.0	153.6	11,324,620	101,684,177	14.3%
#5	1.94	316.8	163.2	8,437,727	110,121,904	15.5%
#20	1.71	278.4	163.2	7,414,972	117,536,876	16.5%
#28	2.10	345.6	163.2	9,204,793	126,741,669	17.8%
#46	2.12	345.6	163.2	9,204,793	135,946,462	19.1%
#27	2.06	355.2	172.8	10,606,215	146,552,677	20.6%
#31	2.06	355.2	172.8	10,606,215	157,158,892	22.1%
#19	1.84	336.0	182.4	11,178,639	168,337,531	23.6%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULA-TIVE GE-WICHTS-%	
5	#1	1.85	355.2	192.0	13,094,092	181,431,623	25.5%
10	#3	1.75	336.0	192.0	12,386,304	193,817,927	27.2%
15	#10	2.15	412.8	192.0	15,217,459	209,035,381	29.4%
20	#14	1.80	345.1	192.0	12,740,198	221,775,584	31.1%
25	#15	1.75	336.0	192.0	12,386,304	234,161,884	32.9%
30	#48	1.46	280.0	192.0	10,321,920	234,172,209	32.9%
35	#24	1.90	384.0	201.6	15,606,743	249,778,952	35.1%
40	#25	1.71	345.6	201.6	14,046,068	263,825,020	37.1%
45	#29	1.43	288.0	201.6	11,705,057	275,530,079	38.7%
50	#39	1.52	307.2	201.6	12,485,394	288,015,473	40.4%
	#23	1.82	384.0	211.2	17,128,488	305,143,961	42.9%
	#41	1.45	307.2	211.2	13,702,291	318,846,752	44.8%
	#13	1.73	384.0	220.8	18,721,013	337,567,765	47.4%
	#49	1.61	355.2	220.8	17,316,937	354,884,702	49.8%
	#4	1.76	422.4	240.0	24,330,240	379,214,942	53.3%
	#8	1.60	384.0	240.0	22,118,200	401,333,342	56.4%
	#12	1.53	384.0	249.6	23,923,261	425,256,603	59.7%
	#18	1.62	422.4	259.2	28,378,791	453,635,394	63.7%
	#26	1.59	412.8	259.2	27,733,819	481,369,213	67.6%
	#22	1.74	374.4	268.8	27,051,687	509,420,900	71.5%
	#42	1.68	451.2	268.8	32,600,752	541,021,652	76%
	#50	1.36	364.8	268.8	26,358,054	567,379,206	79.7%
	#17	1.83	528.0	288.0	43,794,432	611,174,138	85.8%
	#37	1.47	422.4	288.0	35,035,565	646,209,683	90.7%
	#38	1.17	336.0	288.0	27,469,184	674,078,867	94.7%
	#40	1.31	403.2	307.2	78,050,725	712,129,592	100%

55

60

65

DE 198 51 253 A 1

KRISTALLGRÖSSENVERTEILUNGSDATEN

K-203

KRI-STALL-NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULATIVE GE-WICHTS-%
#35	2.14	144	67.2	650,280	650,280	0.135%
#22	2.38	182.4	76.8	1,075,838	1,726,118	0.39%
#30	1.78	153.6	86.4	1,146,617	2,872,735	0.60%
#32	2.50	240.0	96.0	2,211,840	5,084,575	1.06%
#29	2.50	240.0	96.0	2,211,840	7,296,415	1.52%
#18	1.50	144.0	96.0	1,327,104	8,623,519	1.79%
#4	2.00	192.0	96.0	1,769,472	10,392,991	2.16%
#27	1.82	192.0	105.6	2,141,061	12,534,052	2.61%
#33	3.00	316.8	105.6	3,532,570	16,066,802	3.34%
#21	2.77	345.6	124.8	5,382,733	21,449,535	4.46%
#28	2.00	249.0	124.8	3,887,529	25,337,064	5.27%
#11	2.57	345.6	134.4	6,242,697	31,579,761	6.57%
#16	1.53	220.8	144.0	4,578,508	36,158,269	7.52%
#5	2.06	316.8	153.6	7,474,249	43,632,519	9.08%
#17	1.50	230.4	153.6	5,435,817	49,068,335	10.21%
#31	1.56	240.0	153.6	5,662,310	54,730,645	11.38%
#3	3.12	508.8	163.2	13,551,501	68,282,146	14.20%
#6	2.47	393.6	163.2	10,483,236	78,765,382	16.38%
#9	1.56	268.8	172.8	8,026,324	86,291,706	18.05%
#10	1.50	259.2	172.8	7,739,670	94,531,376	19.66%
#19	1.83	316.8	172.8	9,459,597	103,990,973	21.63%
#23	2.33	403.2	172.8	12,039,487	116,030,460	24.14%
#26	2.28	393.6	172.8	11,752,833	127,783,293	26.58%
#24	2.20	422.4	192.0	15,571,353	143,354,946	29.82%

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

KRI-STALL NR.	L/B	TATSÄCH-LICHE LÄNGE (L)	TATSÄCH-LICHE BREITE (B)	(B ²)(L)	KUMULATIVE SUMME VON (B ²)(L)	KUMULA-TIVE GE-WICHTS-%
#15	1.43	288.0	201.6	11,705,057	155,059,703	32.25%
#25	1.95	412.8	211.2	18,413,125	173,422,828	36.08%
#20	1.61	355.2	220.8	17,316,937	190,789,765	39.69%
#14	1.71	393.6	230.4	20,893,925	211,683,690	44.03%
#34	1.71	393.6	230.4	20,893,925	232,577,615	48.38%
#7	1.70	441.6	259.2	29,668,737	262,246,352	54.55%
#2	1.93	537.6	278.4	41,667,526	303,913,878	63.22%
#8	1.72	480.0	278.4	37,203,148	341,117,026	70.96%
#12	1.33	384.0	288.0	31,850,496	372,917,522	77.58%
#1	1.51	480.8	316.8	48,173,875	421,141,394	87.60%
#13	1.57	528.0	336.0	59,619,088	480,750,485	100.00%

30

Laborexperimente

Es wurden 150 Gramm eines Adduktfeststoffes, der annähernd 30 Gewichtsprozent Phenol und 70 Gewichtsprozent Bisphenol A enthielt, in einen 2 Liter-, 5-Hals-Glasgefäß eingefüllt. Das Glasgefäß enthielt einen Heizmantel, einen Dampfgenerator, ein Einblasrohr, einen obenbefindlichen Kondensator und eine Aufnahme. Es wurden 150 Gramm Wasser zum Adduktfeststoff zugegeben und die Temperatur der Mischung wurde langsam erhöht. Die Mischung wurde vollständig verflüssigt, um eine Adduktlösung zu bilden, wenn die Temperatur 60°C erreichte. Die Erwärmung der Lösung wurde langsam fortgesetzt und es wurde ein Dampfdurchblasen auf der Lösung ausgeführt, wenn die Temperatur sich 100°C näherte. Das in der oben befindlichen Aufnahme aufgenommene Kondensat wurde als milchig erscheinend beobachtet, was ein signifikantes Vorhandensein von Phenol in der oben befindlichen Aufnahme anzeigen. Das Durchblasen wurde fortgesetzt, bis das in der obenliegenden Kopfaufnahme gesammelte Kondensat nicht mehr milchig erschien. Es wurde eine Probe von der Lösung im Glastopf genommen und analysiert, daß sie einen Restphenolgehalt von etwa 5 Gewichtsprozent offenbarte. Das Dampfblasen wurde fortgesetzt, bis eine Probe der Lösung im Glasgefäß analysiert wurde, die einen Restphenolgehalt von weniger als 1 Gewichtsprozent offenbarte. Zu dieser Zeit waren etwa 400 Gramm Kondensat in der oben befindlichen Aufnahme gesammelt worden und der Wassergehalt der Lösung im Glasgefäß überschritt etwa 20 Gewichtsprozent.

Es wurden etwa 200 Gramm Wasser bei einer Temperatur von etwa 100°C zur Lösung im Glasgefäß zugegeben, und die Mischung wurde gerührt und langsam abgekühlt. Es wurde eine dichte Wolke von Kristallen beobachtet, wenn die Temperatur der gerührten Lösung eine Temperatur von etwa 98°C erreichte. Der Rührpegel wurde vergrößert und ein Teil der gerührten Lösung lief durch einen großen Auslaß auf der Seite des Glasgefäßes in einen Vakuumfilter über. Es wurden Kristalle im Filter wiedergewonnen und mit Wasser bei einer Temperatur von etwa 100°C im Filter gewaschen. Die gewaschenen Kristalle waren große, wohlgeformte rhombische Kristalle mit einer mittleren Länge von 2 bis 3 mm und einer Breite von 1 bis 1,5 mm, wobei einige Kristalle 4 bis 5 mm lang und etwa 3 mm breit waren. Die Kristalle wurden teilweise über Nacht in einem Ofen bei einer Temperatur von etwa 100°C getrocknet und durch Dampfdruckchromatographie analysiert. Die Analyse zeigte einen Gehalt von Verunreinigungen von etwa 175 ppm bei nicht feststellbaren Phenolpegeln und dem o,p-Isomer von Bisphenol A. Eine anschließende Analyse der Probe mittels eines unterschiedlichen Verfahrens ergab die folgenden Konzentrationen von Verunreinigungen:

Verunreinigung	Konzentration (ppm)
Phenol	nicht feststellbar
o,p-Isomer von Bisphenol A	61
Trisphenol 2	9
Spirobiindan	90
Isopropenylphenol-Trimer	240
unbekannte Verunreinigungen	49
gesamt	449

DE 198 51 253 A 1

Es wird vermutet, daß das Trisphenol 2, Spirobiindan und Isopropenylphenol-Trimer Verunreinigungen aus dem Phenol der indischen Anlage sind, die zu der Zeit schwer rückkontaminiert mit Verunreinigungen aus dem katalytischen Cracksystem war.

Es wird erwartet, daß die Aufnahme eines Niedertemperaturprozesses wie der eine oben beschriebene zu einer verbesserten Reinheit des Produkts führen. Es wird erwartet, daß das Produkt eine verbesserte Leistung bei der Herstellung hochklarer Polycarbonatharze im Vergleich zu BPA hat, das in vielen anderen Systemen hergestellt wird. Es wird weiter erwartet, daß der hier beschriebene Prozeß nicht signifikant durch eine thermische und katalytische Zersetzung des BPA-Produkts beeinflußt wird. Es wird erwartet, daß das BPA-Produkt eine viel geringere Bildungsrate von Verunreinigungen und Farbe durch den gesamten Prozeß hindurch aufweist. Die Bildungsrate von Verunreinigungen im Prozeß kann so niedrig sein, daß die nützliche Betriebszeit eines beliebigen Reaktorbettes zwischen dem Austausch oder der gründlichen Reinigung des Bettens vergrößert wird. Der Einbau eines katalytischen Cracksystems kann obsolet werden, da die Bildungsrate von Verunreinigungen so niedrig sein kann, daß die Reaktorbetten, die über eine Periode von ein oder zwei Jahren gebildeten Verunreinigungen absorbieren können, zu welcher Zeit die Betten mit einer nassen Phenollösung gewaschen werden können, um die schweren Verunreinigungen zur Reinigungsabzweigung vor der Wiederinbetriebnahme des Reaktors freizusetzen.

Weitere Abwandlungen und alternative Ausführungsbeispiele verschiedener Aspekte der Erfindung gehen für die Fachleute in Anbetracht dieser Beschreibung hervor. Demgemäß ist diese Beschreibung lediglich als veranschaulichend vorgesehen und dient dem Zweck, die Fachleute über die allgemeine Weise der Ausführung der Erfindung zu unterrichten. Selbstverständlich sollen die gezeigten und hier beschriebenen Formen der Erfindung als die derzeit bevorzugten Ausführungsbeispiele angesehen werden. Elemente und Materialien können gegen die hier veranschaulichten und beschriebenen ersetzt werden, Teile und Prozesse können umgekehrt werden und gewisse Merkmale der Erfindung können unabhängig verwendet werden, wie dies für die Fachleute offensichtlich sein wird, nachdem sie aus dieser Beschreibung der Erfindung Nutzen gezogen haben. Es können Änderungen in den Elementen und hier beschriebenen Zusammensetzungen oder in den Merkmalen oder in der Abfolge der Merkmale der hier beschriebenen Verfahren ausgeführt werden, ohne den Geist und den Umfang der Erfindung, wie in den folgenden Ansprüchen beschrieben, zu verlassen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, in einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt, daß:

- a) Wärme aus dem Strom abgeführt wird derart, daß die Bisphenol A umfassenden Feststoffe im Strom gebildet werden;
- b) Turbulenz im Strom zu einem ausgewählten Ausmaß erzeugt und gesteuert wird um zu bewirken, daß die im Strom gebildeten Feststoffe eine mittlere Breite, die etwa hundertsechzig µm überschreitet und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen; und wobei die Turbulenz erzeugt und auf einen Pegel gesteuert wird, unterhalb von dem ein spezifizierter Pegel einer sekundären Nukleierung auftreten würde.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom durch eine Verfestigungskammer gepumpt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Turbulenz im Strom unter Verwendung eines Rührwerks erzeugt und gesteuert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Turbulenzpegel im Strom gesteuert wird, so daß eine Verschmutzungsrate auf einer Kühlfläche in einer Verfestigungskammer gesteuert wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß wenigstens ein Teil der im Strom gebildeten Feststoffe wiedergewonnen wird und wobei die wiedergewonnenen Feststoffe Kristalle sind, die Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen, auf einer kumulativen Gewichtsbasis berechnet.

6. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß ein Teil des Stroms entfernt wird und der Stromteil auf eine Temperatur oberhalb eines Trübungspunkts erwärmt wird, um wenigstens einige von im Strom vorhandenen beliebigen Feinstpartikeln zu schmelzen, und der Stromteil zu einer Verfestigungskammer zurückgeführt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, die eine Leitungsschleife umfaßt.

8. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, die eine Leitungsschleife umfaßt, und weiter umfassend, daß der Strom durch die Leitungsschleife umgewälzt wird und Wärme aus dem Strom abgeführt wird, wenn er durch einen Röhrenwärmetauscher durchläuft.

9. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, umfassend einen Behälter und weiter umfassend, daß Wärme aus dem Strom abgeführt wird, indem der Strom im Behälter mit einer Kühlfläche im Behälter in Kontakt gebracht wird.

10. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer, umfassend einen Behälter, eingeleitet wird, und weiter umfassend, daß Wärme aus dem Strom im Behälter durch Kühlen einer Fläche abgeführt wird, die sich auf der Außenseite des Behälters befindet.

11. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Turbulenz so erzeugt und gesteuert wird, daß ein Vorhandensein von Feinstpartikeln im Strom verringert wird.

12. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, und wobei der Strom durch die Verfestigungskammer mit einer Pumpe mit einem Flügelrad gepumpt wird, das sich mit einer Drehzahl dreht, und weiter umfassend, daß der Turbulenzpegel des Stroms durch Änderung der Drehzahl des Flügelrades geändert wird.

13. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, die eine Schlammüberlaufleitung umfaßt derart, daß die Rate, mit der der Strom in die Verfestigungskammer einge-

DE 198 51 253 A 1

leitet wird, die Rate steuert, mit der der Strom die Verfestigungskammer durch die Schlammlüberlaufleitung verläßt.

14. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Feststoffe als Kristalle wiedergewonnen werden, umfassend Bisphenol A, wobei die Kristalle eine mittlere Kristallbreite aufweisen, die etwa 180 µm überschreiten.

5 15. Verfahren nach Anspruch 51, bei dem die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von mehr als 3 : 1 aufweisen und wobei der Turbulenzpegel so gesteuert wird, daß die Bildung von zweiten Feststoffen initiiert wird, die Bisphenol A umfassen und ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 3 : 1 aufweisen, und weiter umfassend die Wiedergewinnung von wenigstens einigen Feststoffen, die im Strom gebildet werden, und wobei die wiedergewonnenen Feststoffe Kristalle sind, die Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 3 : 1 aufweisen.

10 16. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß wenigstens ein Teil der Feststoffe im Strom wiedergewonnen wird, und wobei die wiedergewonnenen Feststoffe Kristalle umfassen, die Bisphenol A im Kuchen umfassen, wobei der Kuchen einen freien Flüssigkeitsgehalt von weniger als etwa 6 Gewichtsprozent aufweist.

15 17. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß wenigstens ein Teil der im Strom gebildeten Feststoffe wiedergewonnen wird und wobei die wiedergewonnenen Feststoffe Kristalle sind, die Bisphenol A und wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol umfassen.

20 18. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom mit einer Kühlfläche kontaktiert wird, während der Strom eine Geschwindigkeit hat, die etwa 6 Fuß pro Sekunde überschreitet.

19. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Temperatur des Stroms in einer Verfestigungszone abgetastet wird und die vom Strom abgeföhrte Wärmemenge abhängig von der Stromtemperatur in der Verfestigungszone geändert wird.

25 20. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Temperatur des Stroms in einer Verfestigungszone abgetastet wird und ein Signal von einem Temperatursensor zu einem automatischen Regler gesendet wird und der automatische Regler dazu verwendet wird, die vom Strom entfernte Wärme zu steuern derart, daß die Temperatur des Stroms in der Verfestigungszone bei weniger als etwa 55°C beibehalten wird.

21. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß Verschmutzung überwacht wird, die auf einer Kühlfläche auftritt, und der Turbulenzpegel abhängig von der Verschmutzung eingestellt wird.

22. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Differentialdruck über einen Teil einer Verfestigungskammer überwacht wird und der Turbulenzpegel abhängig vom Differentialdruck eingestellt wird.

30 23. Verfahren nach Anspruch 51, bei dem die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von mehr als etwa 2,5 : 1 aufweisen und die Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 2,5 : 1 aufweisen, und weiter umfassend, daß wenigstens ein Teil der im Strom gebildeten Feststoffe wiedergewonnen wird, wobei die wiedergewonnenen zweiten Feststoffe Bisphenol-A-Kristalle umfassen, die ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 2,5 : 1 aufweisen.

35 24. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß wenigstens ein Teil der Feststoffe im Strom unter Verwendung einer Siebvollmantelzentrifuge wiedergewonnen wird und die wiedergewonnenen Feststoffe mit Phenol gewaschen werden.

25. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß ein Teil des Stroms zu einer Leitung überfließt, wobei die Leitung einen Schlammlüberlauf aufweist, und wobei ein oberes Ende des Schlammlüberlaufs sich bei einer geringeren Höhe als ein oberes Ende einer Verfestigungskammer befindet.

40 26. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom Bisphenol A, Phenol, wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Aceton und wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Wasser umfaßt.

27. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom Bisphenol A, Phenol, wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Aceton und wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Wasser umfaßt und wobei eine Temperatur in der Verfestigungskammer weniger als etwa 50°C ist.

45 28. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom Bisphenol A, Phenol, wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Aceton und wenigstens etwa 1 Gewichtsprozent Wasser umfaßt und wobei der Strom ein Abfluß ist, der aus der Reaktion von Phenol und Aceton in einem Reaktorstrom aufwärts einer Verfestigungskammer erzeugt worden ist und wobei im wesentlichen sämtliches Wasser und Aceton, die im Abfluß vorhanden sind, der den Reaktor verläßt, vorhanden ist, wenn der Abfluß in die Verfestigungskammer eingeleitet wird.

29. Verfahren nach Anspruch 51, bei dem die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von größer als etwa 2 : 1 aufweisen und wobei der Turbulenzpegel so eingestellt wird, daß zweite Feststoffe mit einem Längen-zu-Breiten-Verhältnis von zwischen etwa 2 : 1 und etwa 1,8 : 1 gebildet werden, und weiter umfassen, daß wenigstens ein Teil der im Strom gebildeten Feststoffe wiedergewonnen wird, wobei der wiedergewonnene Teil Bisphenol-A-Kristalle umfaßt, die ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von zwischen etwa 2 : 1 und etwa 1,8 : 1 aufweisen.

55 30. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Turbulenz gesteuert wird, indem eine Abmessung eines Flügelrads in einer Pumpe eingestellt wird, die den Strom während des Gebrauchs pumpt.

31. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Turbulenzpegel dadurch gesteuert wird, daß eine Hublänge in einer Pumpe eingestellt wird, die den Strom während des Gebrauchs pumpt.

60 32. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom wenigstens 20 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, wenn er in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird.

33. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der Strom wenigstens 5 Gewichtsprozent Verunreinigungen umfaßt, wenn er in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird.

65 34. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Turbulenz mit einer Pumpe und einem Rührwerk erzeugt und gesteuert wird.

35. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Turbulenzpegel so gesteuert wird, daß er im wesentlichen das Vorhandensein von Feststoffen mit einer Breite von weniger als etwa 60 µm verhindert.

36. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Turbulenzpegel durch Einstellung der Drehzahl eines

DE 198 51 253 A 1

Blatts an einem Rührwerk gesteuert wird, der den Strom röhrt.

37. Verfahren zur Bestimmung des Turbulenzpegels in einem Strom zur Bildung von Feststoffen mit einer ausgewählten Größenverteilung, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt:

- a) daß es gestattet wird, daß ein System Gleichgewicht erreicht, im Strom gebildete Feststoffe zu analysieren, um ausgewählte physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen, und dann wiederholt (1) ein Turbulenzpegel im Strom vergrößert wird, (2) gestattet wird, daß das System Gleichgewicht erreicht und (3) Feststoffe analysiert werden, um ausgewählte physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen, bis ein ausgewähltes Ausmaß an sekundärer Nukleierung auftritt;
- b) daß gestattet wird, daß das System wieder Gleichgewicht erreicht, im Strom gebildete Feststoffe analysiert werden, um ausgewählte physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen, und dann der Turbulenzpegel im Strom verringert wird, wenn ein ausgewähltes Ausmaß an sekundärer Nukleierung auftritt; und
- c) daß ein Turbulenzpegel lokalisiert wird, der ohne das Vorliegen eines ausgewählten Ausmaßes an sekundärer Nukleierung erzielt werden kann, und derart, daß die gebildeten Feststoffe die ausgewählte Größenverteilung aufweisen.

38. Verfahren nach Anspruch 37, weiter umfassend, daß die Schritte a) und b) wiederholt werden, bevor der Turbulenzpegel lokalisiert wird, der ohne das Vorhandensein einer wesentlichen sekundären Nukleierung erreicht werden kann.

39. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Feststoffe mit Wasser gemischt werden, wobei Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C ist, wodurch der Schmelzpunkt der Feststoffe verringert wird und eine Lösung gebildet wird, und weiter umfassend, daß die Lösung in eine Trennkolonne eingeleitet wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und Bodenstroms eintritt.

40. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend:
 daß die Feststoffe mit Wasser gemischt werden, wobei das Wasser sich bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C befindet, wodurch der Schmelzpunkt der Feststoffe verringert wird und eine Lösung gebildet wird;
 daß die Lösung in eine Trennkolonne eingeleitet wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und des Bodenstroms eintritt;
 daß ausreichend Phenol aus der Lösung in der Kolonne abgetrennt wird derart, daß der Bodenstrom weniger als etwa ein Gewichtsprozent Phenol enthält;
 daß Feststoffe in wenigstens einem Teil des Bodenstroms gebildet werden und ein Feststoffprodukt aus derartigen Feststoffen wiedergewonnen wird, wobei das Feststoffprodukt wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, und
 daß eine Zersetzung des Bisphenols A verhindert wird, indem im wesentlichen eine Exposition des Bisphenols A gegenüber einer Temperatur oberhalb etwa 150°C zu einer beliebigen Zeit vermieden wird, wo die Anzahl von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Anzahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist.

41. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Feststoffe aus einer Flüssigkeit abgetrennt werden, wenigstens ein Teil der Feststoffe geschmolzen wird und dann Wasser mit einer Feststoffschnmelze gemischt wird, um eine Lösung zu bilden, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C befindet, und weiter umfassend, daß die Lösung in eine Trennkolonne eingeleitet wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und des Bodenstroms eintritt.

42. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend:
 daß die Feststoffe aus einer Flüssigkeit abgetrennt werden, wenigstens ein Teil der Feststoffe geschmolzen wird und dann Wasser mit geschmolzenen Feststoffen zur Bildung einer Lösung gemischt wird, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C befindet;
 daß die Lösung in eine Trennkolonne eingeleitet wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des oben befindlichen und des Bodenstroms eintritt;
 daß ausreichend Phenol aus der Lösung in der Kolonne abgetrennt wird derart, daß der Bodenstrom weniger als etwa ein Gewichtsprozent Phenol enthält;
 daß Feststoffe in wenigstens einem Teil des Bodenstroms gebildet werden und ein Feststoffprodukt aus derartigen Feststoffen wiedergewonnen wird, wobei das Feststoffprodukt wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, und
 daß die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird, indem im wesentlichen die Exposition des Bisphenols A gegenüber einer Temperatur oberhalb etwa 150°C zu einer beliebigen Zeit vermieden wird, wobei die Zahlen von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Zahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist.

43. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A in einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt:

- a) daß Wärme aus dem Strom abgeführt wird derart, daß Feststoffe, die Bisphenol A umfassen, im Strom gebildet werden;
- b) daß Turbulenz im Strom bis zu einem ausgewählten Ausmaß erzeugt und gesteuert wird, daß bewirkt wird, daß die im Strom gebildeten Feststoffe eine mittlere Breite, die etwa 160 µm überschreitet, und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen;
- c) wenigstens ein Teil der Feststoffe aus der Flüssigkeit abgetrennt wird;
- d) die abgetrennten Feststoffe mit Wasser gemischt werden, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C befindet, wodurch der Schmelzpunkt der abgetrennten Feststoffe verringert wird und

5

10

15

20

30

35

40

45

50

55

65

60

DE 198 51 253 A 1

- eine Lösung gebildet wird; und
- 5 e) die Lösung in eine Trennkolonne eingeführt wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und des Bodenstroms eintritt.
44. Verfahren nach Anspruch 43, weiter umfassend:
- daß ausreichend Phenol aus der Lösung in der Kolonne abgetrennt wird derart, daß der Bodenstrom weniger als etwa ein Gewichtsprozent Phenol enthält;
- 10 daß Feststoffe in wenigstens einem Teil des Bodenstroms gebildet werden und ein Feststoffprodukt aus solchen Feststoffen wiedergewonnen wird, wobei das Feststoffprodukt wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt; und
- daß die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird, indem im wesentlichen die Exposition des Bisphenols A gegenüber einer Temperatur oberhalb etwa 150°C zu einer beliebigen Zeit vermieden wird, wobei die Anzahl von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Anzahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist.
- 15 45. Verfahren nach Anspruch 43, bei dem der Turbulenzpegel gesteuert wird um zu verhindern, daß eine wesentliche sekundäre Nukleierung oberhalb eines ausgewählten Pegels induziert wird.
46. Verfahren nach Anspruch 43, bei dem der Turbulenzpegel so gesteuert wird, daß das Vorhandensein von Feinstpartikeln oberhalb eines ausgewählten Pegels verhindert wird.
47. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, in einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt:
- 20 a) daß Wärme aus dem Strom abgeführt wird derart, daß erste Feststoffe, umfassend Bisphenol A, im Strom gebildet werden, wobei die ersten Feststoffe ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis von größer als etwa 5 : 1 aufweisen;
- b) daß Turbulenz im Strom bis zu einem ausgewählten Ausmaß erzeugt und gesteuert wird, um zu bewirken, daß die im Strom gebildeten Feststoffe eine mittlere Breite, die etwa 160 Mikrometer überschreitet, und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen;
- 25 c) daß wenigstens ein Teil der Feststoffe im Strom aus einer Flüssigkeit abgetrennt wird;
- d) daß wenigstens ein Teil der Feststoffe geschmolzen wird und Wasser mit geschmolzenen zweiten Feststoffen gemischt wird, um eine Lösung zu bilden, wobei sich das Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C befindet; und
- 30 e) daß die Lösung in eine Trennkolonne eingeführt wird, wobei ein Kopfstrom die Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne verläßt, ein Bodenstrom die Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne verläßt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und Bodenstroms eintritt.
48. Verfahren nach Anspruch 47, weiter umfassend:
- 35 daß ausreichend Phenol aus der Lösung in der Kolonne abgetrennt wird derart, daß der Bodenstrom weniger als etwa ein Gewichtsprozent Phenol enthält;
- daß Feststoffe in wenigstens einem Teil des Bodenstroms gebildet werden und ein Feststoffprodukt aus solchen Feststoffen wiedergewonnen wird, wobei das Feststoffprodukt wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt; und
- 40 daß die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird, indem im wesentlichen die Exposition des Bisphenols A gegenüber einer Temperatur oberhalb von etwa 150°C zu einer beliebigen Zeit vermieden wird, wobei die Zahl von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Zahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist;
- wobei der Turbulenzpegel so gesteuert wird, daß die Induktion einer wesentlichen sekundären Nukleierung oberhalb eines spezifizierten Pegels verhindert wird.
- 45 49. Verfahren nach Anspruch 47, bei dem der Turbulenzpegel gesteuert wird, um das Vorhandensein von Feinstpartikeln oberhalb eines ausgewählten Pegels zu verhindern.
50. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird, die eine Leitungsschleife umfaßt, und weiter umfassend, daß der Strom durch die Leitungsschleife umgewälzt wird und Wärme aus dem Strom entfernt wird, wenn er durch einen Röhrenwärmeaustauscher durchtritt und wobei ein kontrollierter Turbulenzpegel lediglich in Rohren des Röhrenwärmeaustauschers erzielt wird.
51. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A in einem Strom, der Bisphenol A und Phenol umfaßt, wobei das Verfahren umfaßt:
- 55 a) daß Wärme aus dem Strom entfernt wird derart, daß erste Feststoffe, die Bisphenol A umfassen, im Strom gebildet werden, wobei die ersten Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von mehr als etwa 5 : 1 aufweisen;
- b) daß ein Turbulenzpegel im Strom erzeugt wird;
- c) daß der Turbulenzpegel des Stroms gesteuert wird, um:
- (i) wenigstens einige der ersten Feststoffe in Fragmente zu zerbrechen und (ii) die Bildung von zweiten Feststoffen aus derartigen Fragmenten zu initiieren, wobei die zweiten Feststoffe Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen; und
- 60 d) daß zweite Feststoffe gebildet werden, die Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen.
52. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A in einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt:
- 65 a) daß der Strom in eine Verfestigungskammer eingeleitet wird;
- b) daß Wärme aus dem Strom entfernt wird derart, daß erste Feststoffe, die Bisphenol A umfassen, im Strom gebildet werden, wobei die ersten Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von mehr als etwa 5 : 1 aufweisen;
- c) daß ein Turbulenzpegel im Strom erzeugt wird;

DE 198 51 253 A 1

- d) daß der Turbulenzpegel des Stroms gesteuert wird, um:
 (i) wenigstens einige der ersten Feststoffe in Fragmente zu zerbrechen, (ii) die Bildung von zweiten Feststoffen aus derartigen Fragmenten zu initiieren, wobei die zweiten Feststoffe Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen, und (iii) das Vorhandensein von Feinstpartikeln oberhalb eines ausgewählten Pegels zu verhindern; und
 e) daß zweite Feststoffe gebildet werden, die Bisphenol A umfassen und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen.
53. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß die Feststoffe abgetrennt werden, die Feststoffe auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C zur Bildung einer Schmelze erwärmt werden, und weiter umfassend, daß die Schmelze in eine Trennkolonne eingeführt wird, überhitzter Dampf zur Kolonne zugegeben wird und der Phenolgehalt in einem Bodenstrom der Kolonne auf weniger als 1 Gewichtsprozent reduziert wird.
- 10 54. Verfahren nach Anspruch 1, weiter umfassend, daß eine Temperaturdifferenz zwischen einer Temperatur eines Kühlmediums und der Stromtemperatur überwacht wird und der Pegel der Turbulenz abhängig von der Temperaturdifferenz eingestellt wird, wobei die Einstellung des Turbulenzpegels umfaßt, daß der Turbulenzpegel erhöht wird, wenn die Temperaturdifferenz zunimmt.
- 15 55. System zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, aus einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das System umfaßt:
- a) eine Verfestigungskammer;
 - b) ein Kühlsystem, umfassend eine Kühlfläche zur Abführung von Wärme aus dem Strom während des Gebrauchs, wobei das Kühlsystem während des Gebrauchs gesteuert wird, um ausreichend Wärme abzuführen derart, daß Bisphenol A umfassende Feststoffe in der Verfestigungskammer während des Gebrauchs gebildet werden;
 - c) ein Antriebssystem, das in der Lage ist, einen gesteuerten Turbulenzpegel im Strom der Verfestigungskammer während des Gebrauchs zu erzeugen;
 - d) ein Steuersystem, das in der Lage ist, das Antriebssystem während des Gebrauchs zu steuern derart, daß ein ausgewählter Pegel an kontrollierter Turbulenz im Strom erzielt wird, wobei der kontrollierte Turbulenzpegel derart ist, daß die im Strom gebildeten Feststoffe eine mittlere Breite, die etwa 160 µm überschreitet, und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen;
 - e) ein Wiedergewinnungssystem zur Gewinnung wenigstens einiger der im Strom gebildeten Feststoffe, wobei die wiedergewonnenen Feststoffe Bisphenol A umfassen und eine mittlere Breite, die etwa 160 µm überschreitet, und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen.
- 20 56. System nach Anspruch 55, bei dem das Antriebssystem eine Pumpe umfaßt, die angeschlossen ist, um den Strom durch die Verfestigungskammer während des Gebrauchs zu pumpen.
57. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem weiter in der Lage ist, das Antriebssystem während des Gebrauchs zu steuern derart, daß eine Verschmutzungsrate auf der Kühlfläche unterhalb eines ausgewählten Pegels bleibt.
- 35 58. System nach Anspruch 55, bei dem das Antriebssystem eine Pumpe umfaßt, die so angeschlossen ist, daß sie den Strom durch die Verfestigungskammer während des Gebrauchs pumpt, und die Pumpe ein Flügelrad umfaßt und mit einem Motor mit variabler Drehzahl gekuppelt ist.
59. System nach Anspruch 55, bei dem das Antriebssystem eine Pumpe umfaßt, die angeschlossen ist, um den Strom während des Gebrauchs durch die Verfestigungskammer zu pumpen, und wobei die Pumpe eine Kammer und einen Kolben mit variabler Hublänge umfaßt.
- 40 60. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem einen Analysator umfaßt, der in der Lage ist, physikalische Eigenschaften von Feststoffen während des Gebrauchs zu analysieren.
61. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem einen Analysator umfaßt, der in der Lage ist, die Feststoffe während des Gebrauchs zu analysieren, und wobei das Steuersystem in der Lage ist, ein Signal zu einer Pumpe mit einem Flügelrad zu senden, die angeschlossen ist, um den Strom in der Verfestigungskammer während des Gebrauchs zu pumpen, wobei das Signal in der Lage ist, die Geschwindigkeit des Flügelrads abhängig von den physikalischen Eigenschaften der analysierten Feststoffe zu ändern.
- 45 62. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem einen Analysator umfaßt, der in der Lage ist, Feststoffe während des Gebrauchs zu analysieren, und wobei das Steuersystem in der Lage ist, ein Signal zu einer Pumpe während des Gebrauchs zu senden, wobei das Signal in der Lage ist, die Hublänge eines Kolbens an der Pumpe abhängig von physikalischen Eigenschaften analysierter Feststoffe zu ändern.
63. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem ein Strömungsüberwachungssystem umfaßt, das in der Lage ist, den Durchfluß des Stroms zu überwachen, und wobei das Steuersystem in der Lage ist, ein Signal zu einer Pumpe zu senden, wobei das Signal die Rate ändert, mit der der Strom gepumpt wird, abhängig von dem Stromdurchfluß.
- 55 64. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem ein Strömungsüberwachungssystem umfaßt, das in der Lage ist, den Durchfluß des Stroms zu überwachen, wobei das Strömungsüberwachungssystem eine Meßblende umfaßt, und wobei das Steuersystem in der Lage ist, ein Signal zu einer Pumpe zu senden, wobei das Signal die Rate ändert, mit der der Strom gepumpt wird, abhängig von dem Stromdurchfluß.
- 65 65. System nach Anspruch 55, bei dem die Verfestigungskammer eine Leitungsschleife und einen Schlammüberlauf umfaßt, wobei sich die Unterseite des oberen Endes des Schlammüberlaufs bei einer Höhe befindet, die zwischen etwa 2 Inch und etwa 9 Inch niedriger als die Höhe des oberen Endes der Verfestigungskammer liegt.
66. System nach Anspruch 55, bei dem das Wiedergewinnungssystem eine Siebvollmantelzentrifuge umfaßt, die in der Lage ist, während des Gebrauchs die im Strom gebildeten Feststoffe von der Flüssigkeit zu trennen.
67. System nach Anspruch 55, bei dem das Wiedergewinnungssystem ein Waschsystem umfaßt, das in der Lage ist, wiedergewonnene Feststoffe mit Phenol während des Gebrauchs zu waschen.

DE 198 51 253 A 1

68. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein Feinstpartikelreduktionssystem, das in der Lage ist, die Menge von im Strom vorhandenen Feinstpartikeln zu reduzieren.
69. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein Feinstpartikelreduktionssystem, das in der Lage ist, die Menge von im Strom vorhandenen Feinstpartikeln zu reduzieren, wobei das Feinstpartikelreduktionssystem einen Wärmeaustauscher umfaßt, der angeschlossen ist, um einen Teil des Stroms auf eine Temperatur oberhalb des Trübungspunktes des Stroms zu erwärmen.
- 5 70. Verfahren nach Anspruch 55, bei dem das Antriebssystem ein Rührwerk umfaßt, daß in der Lage ist, während des Gebrauchs einen Pegel kontrollierter Turbulenz im Strom zu erzielen.
- 10 71. System nach Anspruch 55, bei dem das Antriebssystem ein Rührwerk umfaßt, das in der Lage ist, einen Pegel kontrollierter Turbulenz im Strom während des Gebrauchs zu erzielen und wobei das Rührwerk Blätter umfaßt und mit einem Motor mit variabler Drehzahl gekuppelt ist.
- 15 72. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem einen Analysator umfaßt, der in der Lage ist, Feststoffe während des Gebrauchs zu analysieren, und wobei das Steuersystem in der Lage ist, ein Signal zu einem Rührwerk zu senden, umfassend ein Blatt, das in der Lage ist, einen kontrollierten Turbulenzpegel im Strom während des Gebrauchs zu erzeugen, und wobei das Signal in der Lage ist, die Drehzahl des Blatts abhängig von den physikalischen Eigenschaften der analysierten Feststoffe zu ändern.
73. System nach Anspruch 55, bei dem die Verfestigungskammer einen Behälter umfaßt und wobei die Kühlfläche eine Kühlleitung umfaßt, die sich im Behälter befindet.
- 20 74. System nach Anspruch 55, bei dem die Verfestigungskammer einen Behälter umfaßt und wobei die Kühlfläche eine Kühlleitung umfaßt, die sich auf der Außenseite des Behälters befindet.
75. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein Mischsystem, das in der Lage ist, Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C zu erwärmen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, die Bisphenol A, Wasser und Phenol umfaßt, und weiter umfassend eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung herabzusetzen und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem oben befindlichen Auslaß und dem Bodenauslaß umfaßt, und wobei die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 25 76. System nach Anspruch 55, weiter umfassend:
ein Mischsystem, das in der Lage ist, Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C zu erwärmen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, die Bisphenol A, Wasser und Phenol umfaßt;
eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Höhe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß nahe dem Boden der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt, und wobei die Kolonne bei einer Temperatur von unterhalb etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet;
- 30 ein zweites Verfestigungssystem, das in der Lage ist, ein Bisphenol-A-Produkt aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, wobei das zweite Verfestigungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet; und
ein zweites Wiedergewinnungssystem, das in der Lage ist, wenigstens einen Teil des Bisphenol-A-Produkts aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs abzutrennen, wobei der abgetrennte Teil wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, wobei das zweite Wiedergewinnungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 35 77. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und derartige geschmolzene Feststoffe mit Wasser zu einer Temperatur von weniger als 150°C während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, die Bisphenol A, Wasser und Phenol umfaßt, und weiter umfassend eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Phenolkonzentration in der ersten Lösung zu reduzieren und während des Gebrauchs eine zweite Lösung zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 40 78. System nach Anspruch 55, weiter umfassend:
ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und geschmolzene Feststoffe mit Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C während des Gebrauchs zu mischen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, umfassend Bisphenol A, Wasser und Phenol, eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet;
- 45 ein zweites Verfestigungssystem, das in der Lage ist, ein Bisphenol-A-Produkt aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, wobei das zweite Verfestigungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet; und
ein zweites Wiedergewinnungssystem, das in der Lage ist, wenigstens einen Teil des Bisphenol-A-Produkts aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs abzutrennen, wobei der abgetrennte Teil wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, wobei das zweite Wiedergewinnungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 50 79. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und derartige geschmolzene Feststoffe mit Wasser zu einer Temperatur von weniger als 150°C während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, die Bisphenol A, Wasser und Phenol umfaßt, und weiter umfassend eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Phenolkonzentration in der ersten Lösung zu reduzieren und während des Gebrauchs eine zweite Lösung zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 55 80. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und geschmolzene Feststoffe mit Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C während des Gebrauchs zu mischen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, umfassend Bisphenol A, Wasser und Phenol, eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet;
- 60 ein zweites Verfestigungssystem, das in der Lage ist, ein Bisphenol-A-Produkt aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, wobei das zweite Verfestigungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet; und
ein zweites Wiedergewinnungssystem, das in der Lage ist, wenigstens einen Teil des Bisphenol-A-Produkts aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs abzutrennen, wobei der abgetrennte Teil wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, wobei das zweite Wiedergewinnungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet.
- 65 81. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und geschmolzene Feststoffe mit Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C während des Gebrauchs zu mischen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, umfassend Bisphenol A, Wasser und Phenol, eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet;
82. System nach Anspruch 55, weiter umfassend ein System, das in der Lage ist, Feststoffe zu schmelzen und geschmolzene Feststoffe mit Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C während des Gebrauchs zu mischen und Feststoffe mit dem erwärmten Wasser während des Gebrauchs zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, umfassend Bisphenol A, Wasser und Phenol, eine Trennkolonne, die in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren und eine zweite Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, die Bisphenol A umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuführungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt und die Kolonne bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet;

DE 198 51 253 A 1

79. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem in der Lage ist, das Antriebssystem während des Gebrauchs zu steuern derart, daß eine wesentliche sekundäre Nukleierung durch den ausgewählten Pegel der kontrollierten Turbulenz im Strom verhindert wird.
80. System nach Anspruch 55, bei dem das Steuersystem in der Lage ist, das Antriebssystem während des Gebrauchs zu steuern derart, daß ein Vorhandensein von Feinstpartikeln durch den ausgewählten Pegel der kontrollierten Turbulenz im Strom verhindert wird. 5
81. Ansammlung von Feststoffen, gebildet durch das Verfahren von Anspruch 1, wobei die Ansammlung Feststoffe umfaßt, die Bisphenol A und Phenol umfassen, wobei die Feststoffe eine mittlere Breite, die etwa 160 µm überschreitet, und ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1 aufweisen.
82. Ansammlung von Feststoffen nach Anspruch 81, bei der die mittlere Breite der Feststoffe größer als etwa 180 µm und das mittlere Länge-zu-Breiten-Verhältnis der Feststoffe kleiner als etwa 3 : 1 ist. 10
83. Ansammlung von Feststoffen nach Anspruch 81, bei der die mittlere Breite der Feststoffe größer als etwa 200 µm ist und das mittlere Länge-zu-Breiten-Verhältnis der Feststoffe zwischen etwa 1,8 : 1 und etwa 2 : 1 ist.
84. Ansammlung von Feststoffen nach Anspruch 81, bei der die Feststoffe wenigstens 25 Prozent Phenol und wenigstens 55 Prozent Bisphenol A umfassen. 15
85. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, in einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das Verfahren umfaßt:
- (a) daß Wärme aus dem Strom abgeführt wird derart, daß Feststoffe, die Bisphenol A umfassen, im Strom gebildet werden;
 - (b) daß Turbulenz im Strom zu einem ausgewählten Ausmaß erzeugt und kontrolliert wird, um das mittlere Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Feststoffe zu reduzieren und die mittlere Größe der Feststoffe zu vergrößern;
 - (c) daß wenigstens ein Teil der im Strom gebildeten Feststoffe wiedergewonnen wird; und wobei die Turbulenz auf einen Pegel erzeugt und gesteuert wird, unterhalb von dem ein ausgewählter Pegel einer sekundären Nukleierung auftreten würde.
86. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem die Turbulenz so erzeugt und gesteuert wird, daß sie im wesentlichen das Vorhandensein von Feststoffen verhindert, die eine Breite von weniger als etwa 60 µm aufweisen. 25
87. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und kontrolliert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 160 µm überschreitet. 30
88. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und gesteuert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger etwa 3 : 1 aufweisen, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 200 µm überschreitet.
89. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und kontrolliert wird derart, daß die im Strom gebildeten Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 5 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die im Strom gebildeten Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 160 µm überschreitet. 35
90. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und gesteuert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 4 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 180 µm überschreitet. 40
91. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und gesteuert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 3 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 180 µm überschreitet. 45
92. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und gesteuert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 2 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite aufweisen, die etwa 180 µm überschreitet. 50
93. Verfahren nach Anspruch 85, weiter umfassend, daß eine Pumpe verwendet wird, um die Turbulenz des Stroms in einem Verfestigungssystem zu unterstützen, und wobei die Pumpe sich in einer Zone des Verfestigungssystems befindet, wo die Bildung und das Aufwachsen der Feststoffe verhindert wird.
94. Verfahren nach Anspruch 85, weiter umfassend, daß ein Rührwerk verwendet wird, das ein Blatt umfaßt, um die Turbulenz zu unterstützen. 55
95. Verfahren nach Anspruch 85, weiter umfassend, daß eine statische Einrichtung mit einer Verfestigungskammer zur Unterstützung der Turbulenz verwendet wird.
96. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem die Turbulenz erzeugt und gesteuert wird, indem der Strom durch einen Teil eines Verfestigungssystems bei einer Geschwindigkeit von mehr als etwa 5 Fuß pro Sekunde geführt wird.
97. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem die Turbulenz erzeugt und gesteuert wird, indem ein Motor einer Pumpe bei mehr als etwa 150 Umdrehungen pro Minute betrieben wird. 60
98. Verfahren nach Anspruch 85, weiter umfassend die Erhöhung eines Übersättigungspegels von Bisphenol A, wenn die Turbulenz vergrößert wird.
99. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem das Ausmaß, auf das die Turbulenz erzeugt und gesteuert wird, ausreichend ist derart, daß jegliche Zunahme der Turbulenz eine sekundäre Nukleierung induzieren würde. 65
100. Verfahren nach Anspruch 85, bei dem ein ausreichender Turbulenzpegel erzeugt und gesteuert wird derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe ein mittleres Längen-zu-Breiten-Verhältnis von weniger als etwa 3 : 1, gemessen auf einer kumulativen Breitenbasis, aufweisen und derart, daß die wiedergewonnenen Feststoffe eine mittlere Breite

DE 198 51 253 A 1

aufweisen, die etwa 220 µm überschreitet.

101. Verfahren nach Anspruch 37, bei dem der befindliche Turbulenzpegel bei einem maximalen Pegel der Turbulenz liegt, der auftritt ohne das Vorhandensein des ausgewählten Ausmaßes einer sekundären Nukleierung.

5 102. Verfahren nach Anspruch 37, bei dem der Turbulenzpegel im wesentlichen derart liegt, daß im wesentlichen keine sekundäre Nukleierung auftritt.

103. Verfahren zur Herstellung eines verhältnismäßig hochreinen Bisphenol-A-Produkts aus einem Bisphenol-A-Adduktfeststoff, während eine Zersetzung des Bisphenol A verhindert wird, wobei der Adduktfeststoff Bisphenol A und wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol umfaßt, wobei das Verfahren umfaßt:

10 a) daß ein Adduktfeststoff, umfassend Bisphenol A und wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol, mit Wasser gemischt wird, wobei das Wasser bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C liegt, wodurch der Schmelzpunkt des Adduktfeststoffes verringert wird und eine Adduktlösung gebildet wird;

15 b) daß die Adduktlösung in eine Trennkolonne eingeführt wird, wobei ein Kopfstrom aus der Kolonne in der Nähe des oberen Endes der Kolonne austritt, ein Bodenstrom aus der Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne austritt und ein Zuleitungsstrom in die Kolonne zwischen den Austrittspunkten des Kopf- und und des Bodenstroms eintritt;

c) daß ausreichend Phenol aus der Lösung in der Kolonne abgetrennt wird derart, daß der Bodenstrom weniger als etwa 1 Gewichtsprozent Phenol enthält;

d) daß Feststoffe in wenigstens einem Teil des Bodenstroms gebildet werden und ein Feststoffprodukt aus derartigen Feststoffen wiedergewonnen wird, wobei das Feststoffprodukt wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt; und

e) daß die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird, indem im wesentlichen die Exposition des Bisphenols A gegenüber einer Temperatur oberhalb von etwa 150°C vermieden wird, wenn die Anzahl von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Anzahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist.

104. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß der Adduktfeststoff erwärmt wird, bevor der Adduktfeststoff mit Wasser gemischt wird, um eine Adduktschmelze zu bilden, die Bisphenol A und wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol umfaßt, wobei die Erwärmung bei einer Temperatur von weniger als etwa 150°C erfolgt.

105. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß Wasser zum Kolonnenbodenstrom zugegeben wird und dann wenigstens ein Teil des Kolonnenbodenstroms in die Kolonne zurückgeführt wird.

106. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß die Adduktlösung in einem Anionenaustauschersystem bei einer Temperatur zwischen etwa 60°C und etwa 65°C behandelt wird, um Säuren aus der Adduktlösung vor der Einleitung der Adduktlösung in die Kolonne zu entfernen.

107. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß die Adduktlösung in einem Anionenaustauschersystem bei einer Temperatur zwischen etwa 60°C und etwa 65°C behandelt wird, um Chloride aus der Adduktlösung vor der Einführung der Adduktlösung in die Kolonne zu entfernen.

108. Verfahren nach Anspruch 103, bei dem das Wasser mit der Adduktlösung in einer Mischkammer gemischt wird und wobei die Adduktlösung im wesentlichen fortlaufend aus der Mischkammer zu einer Zuleitungszone in der Kolonne zugeführt wird und wobei die Verweilzeit in der Mischkammer weniger als etwa 1 Minute ist.

109. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß eine Probenentnahme am Kolonnenbodenstrom erfolgt, um seinen Phenolgehalt zu bestimmen, und dann erwärmtes Wasser zur Kolonne abhängig vom Phenolgehalt im Bodenstrom zugegeben wird.

110. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß Dampf zur Kolonne in der Nähe des Bodens der Kolonne zugegeben wird, um wenigstens einen Teil jeglichen Phenols aus der Lösung zu entfernen, das in der Lösung nahe dem Boden der Kolonne bleibt.

111. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß der Adduktfeststoff hergestellt wird und während einer solchen Herstellung Bisphenol A einer Temperatur von mehr als 150°C exponiert wird, während die Zahl der Mole von vorhandenem Phenol wenigstens gleich der Zahl der Mole von vorhandenem Bisphenol A ist.

112. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß die Temperatur unterhalb von etwa 150°C beibehalten wird, wenn die Zahl von Molen von vorhandenem Phenol kleiner als die Zahl von Molen von vorhandenem Bisphenol A ist.

113. Verfahren nach Anspruch 103, weiter umfassend, daß der Adduktfeststoff durch Reaktion von Phenol und Aceton in einem Reaktor hergestellt wird und weiter umfassend, daß der Pegel von Verunreinigungen im Reaktor bei oder oberhalb des Gleichgewichtsverunreinigungspegels beibehalten wird, um die Bildung von neuen Verunreinigungen zu verhindern.

114. System zur Abtrennung von Phenol aus einem Bisphenol-A-Adduktfeststoff während die Zersetzung von Bisphenol A verhindert wird, wobei der Adduktfeststoff wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol umfaßt, wobei das System umfaßt:

a) ein Mischesystem, das in der Lage ist, Wasser auf eine Temperatur von weniger als etwa 150°C zu erwärmen und den Adduktfeststoff mit dem erwärmten Wasser zu mischen, um eine erste Lösung zu bilden, die Bisphenol A, Wasser und Phenol umfaßt;

b) eine Leitung, die angeschlossen ist, um es zu ermöglichen, daß die erste Lösung zu einer Trennkolonne fließt, wobei die Trennkolonne in der Lage ist, die erste Lösung aus dem Mischeser aufzunehmen und in der Lage ist, die Konzentration von Phenol in der ersten Lösung zu reduzieren, um eine zweite Lösung zu erzeugen, die Bisphenol A und weniger als etwa 1 Gewichtsprozent Phenol umfaßt, wobei die Kolonne einen Kopfauslaß in der Nähe des oberen Endes der Kolonne, einen Bodenauslaß in der Nähe des Bodens der Kolonne und einen Zuleitungseinlaß zwischen dem Kopfauslaß und dem Bodenauslaß umfaßt.

115. Verfahren nach Anspruch 114, weiter umfassend ein erstes Verfestigungssystem, das einen Bisphenol-A-Adduktfeststoff aus einer ersten Mischung von Bisphenol A und Phenol während des Gebrauchs erzeugt, wobei der Adduktfeststoff wenigstens etwa 25 Gewichtsprozent Phenol umfaßt und das erste Verfestigungssystem bei einer

DE 198 51 253 A 1

Temperatur unterhalb von 150°C arbeitet.

116. System nach Anspruch 114, weiter umfassend ein erstes Wiedergewinnungssystem, das wenigstens einen Teil des Adduktfeststoffs aus der ersten Mischung während des Gebrauchs abtrennt, wobei das erste Wiedergewinnungssystem bei einer Temperatur unterhalb von 150°C arbeitet. 5

117. System nach Anspruch 114, weiter umfassend ein zweites Verfestigungssystem, das in der Lage ist, ein Bisphenol-A-Produkt aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs zu erzeugen, wobei das zweite Verfestigungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet. 10

118. System nach Anspruch 114, weiter umfassend ein zweites Wiedergewinnungssystem, das in der Lage ist, wenigstens einen Teil des Bisphenol-A-Produkts aus der zweiten Lösung während des Gebrauchs abzutrennen, wobei der abgetrennte Teil wenigstens etwa 99 Gewichtsprozent Bisphenol A umfaßt, wobei das zweite Wiedergewinnungssystem bei einer Temperatur unterhalb von etwa 150°C während des Gebrauchs arbeitet. 10

119. System nach Anspruch 114, weiter umfassend eine Verteilerschale, die sich in der Kolonne befindet, und einen Zuleitungsverteiler, der sich in der Kolonne befindet, und wobei eine Recycleleitung mit der Kolonne verbunden ist, um wenigstens einen Teil eines Bodenstroms von dem Bodenauslaß aus in die Kolonne an einer Stelle zwischen der Verteilerschale und dem Zuleitungsverteiler zurückzuleiten. 15

120. Verfahren zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, aus einem Strom, der Bisphenol A und Phenol umfaßt, wobei das Verfahren umfaßt:

- a) daß Wärme aus dem Strom entfernt wird derart, daß Feststoffe, die Bisphenol A umfassen, im Strom gebildet werden,
- b) daß es ermöglicht wird, daß der Strom ein Gleichgewicht erreicht, im Strom gebildete Feststoffe analysiert werden, um ausgewählte physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen, und dann wiederholt (1) ein Pegel der Turbulenz im Strom vergrößert wird, (2) es ermöglicht wird, daß der Strom ein Gleichgewicht erreicht, und (3) Feststoffe analysiert werden, um ausgewählte physikalische Eigenschaften der Feststoffe zu bestimmen, bis ein ausgewähltes Ausmaß an sekundärer Nukleierung auftritt. 20

121. System zur Bildung von Feststoffen, umfassend Bisphenol A, aus einem Strom, umfassend Bisphenol A und Phenol, wobei das System umfaßt: 25

- a) eine Verfestigungskammer;
- b) ein Kühlsystem, umfassend eine Kühlfläche zur Entfernung von Wärme aus dem Strom während des Gebrauchs, wobei das Kühlsystem während des Gebrauchs gesteuert wird, um ausreichend Wärme abzuführen derart, daß Bisphenol A umfassende Feststoffe in der Verfestigungskammer während des Gebrauchs gebildet werden; 30
- c) ein Antriebssystem, das in der Lage ist, einen kontrollierten Turbulenzkegel im Strom in der Verfestigungskammer während des Gebrauchs zu erzeugen; und
- d) ein Wiedergewinnungssystem zum Gewinnen wenigstens einiger der im Strom gebildeten Feststoffe.

35

Hierzu 9 Seite(n) Zeichnungen

40

45

50

60

65

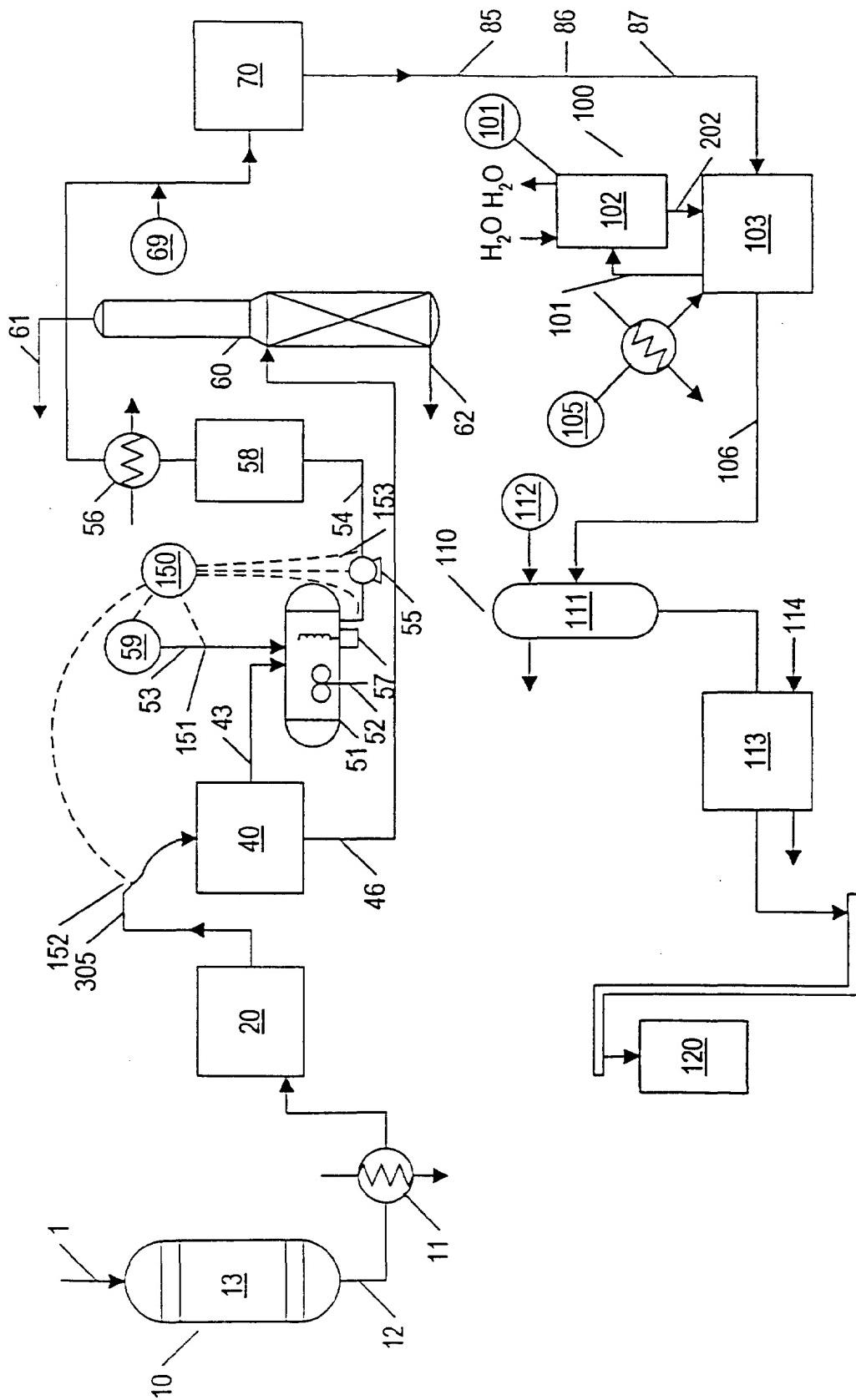


FIG. 1

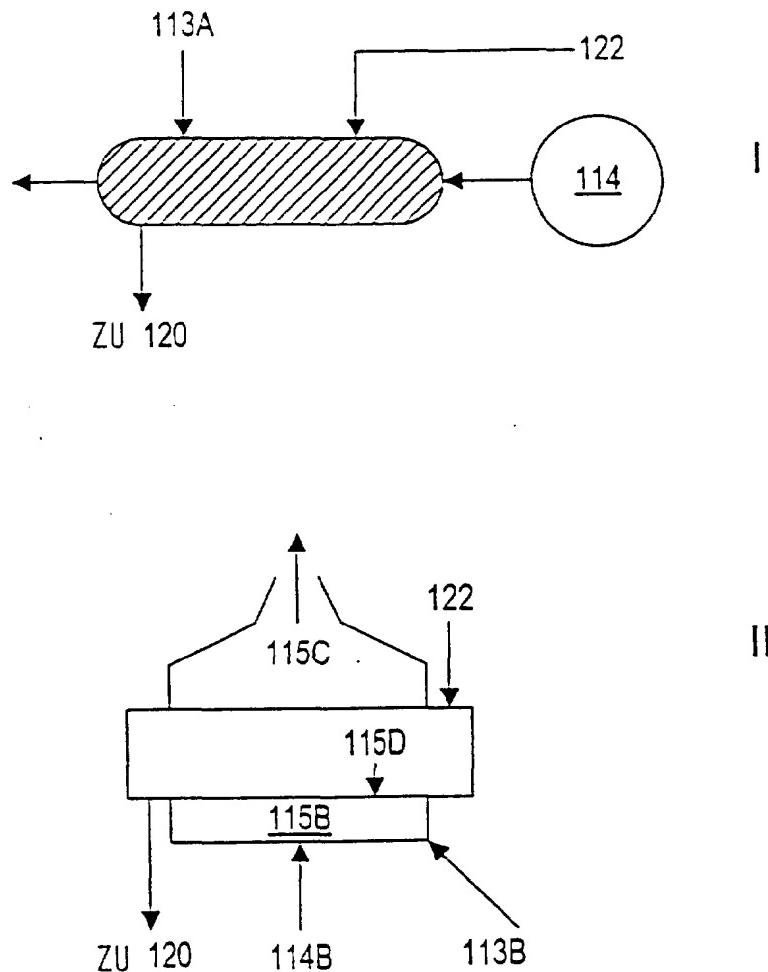


FIG. 1A

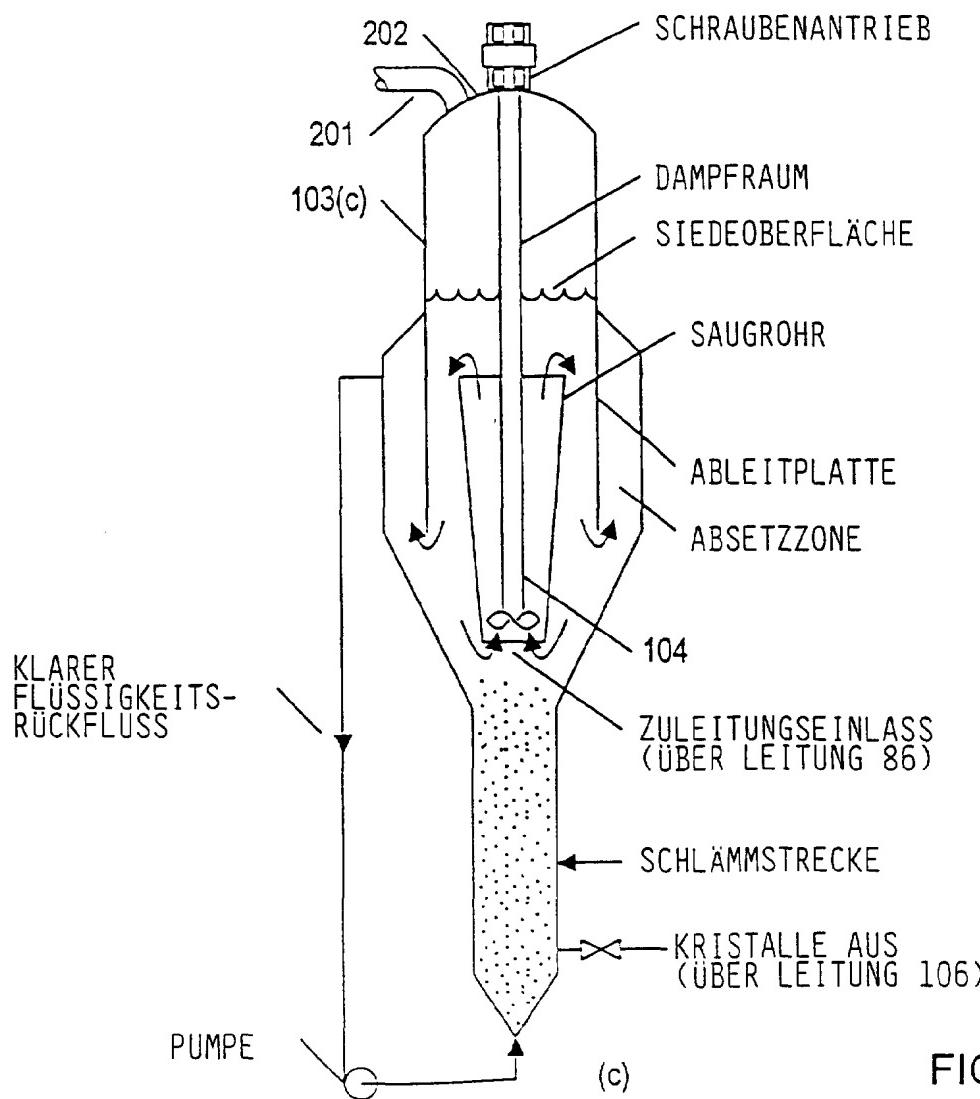
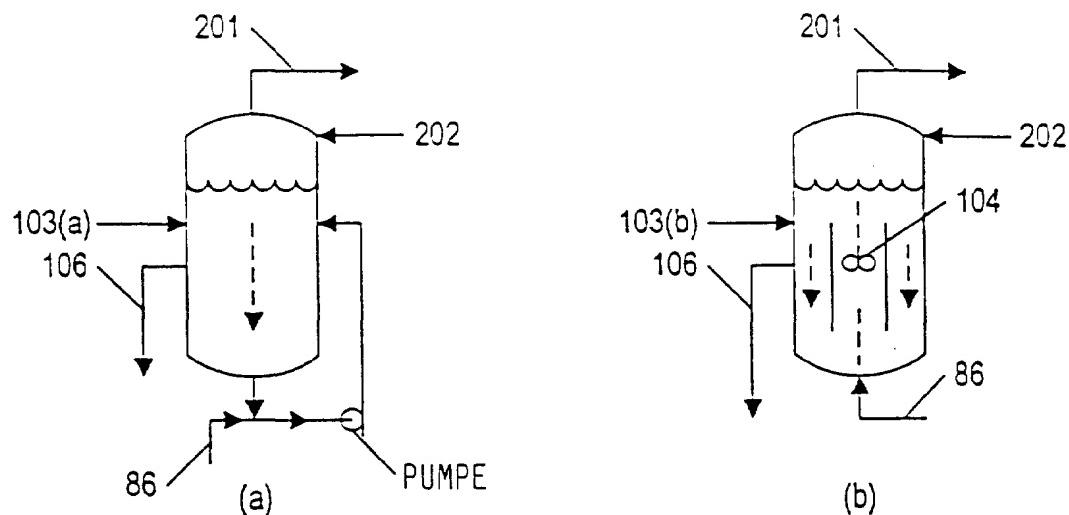


FIG. 1B

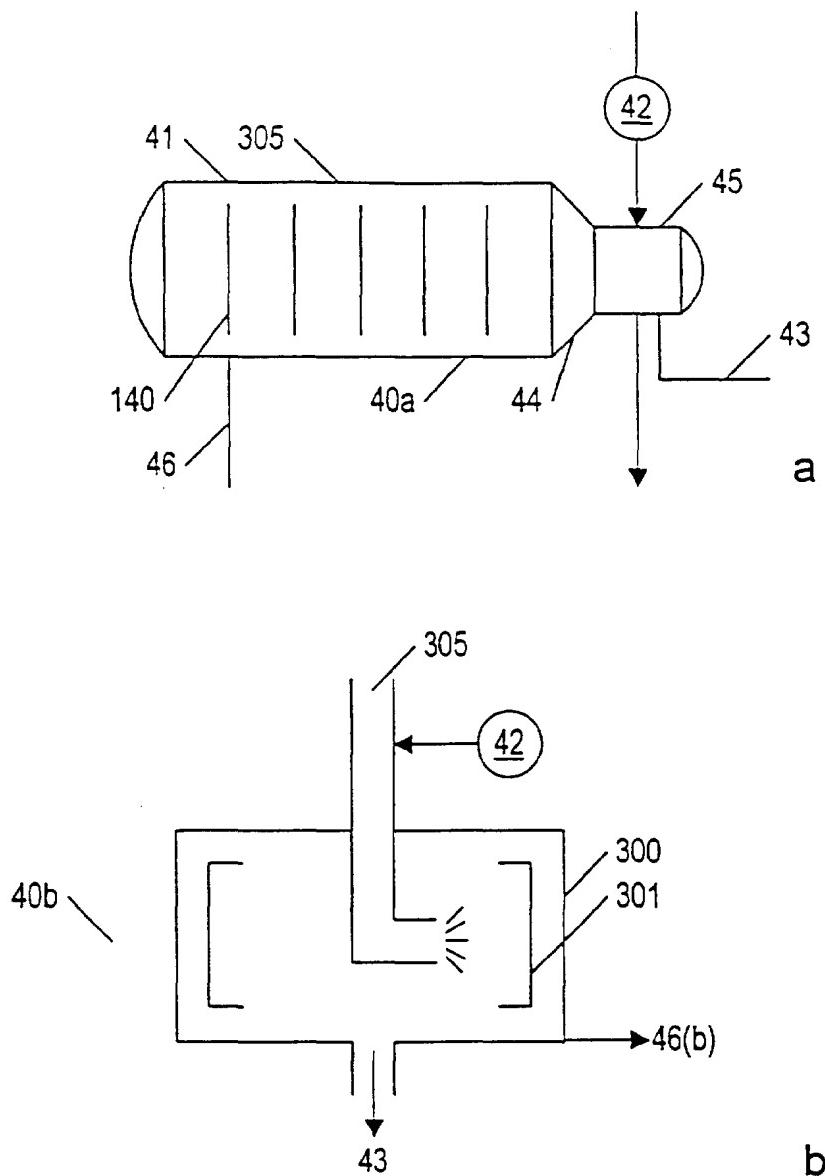


FIG. 1C

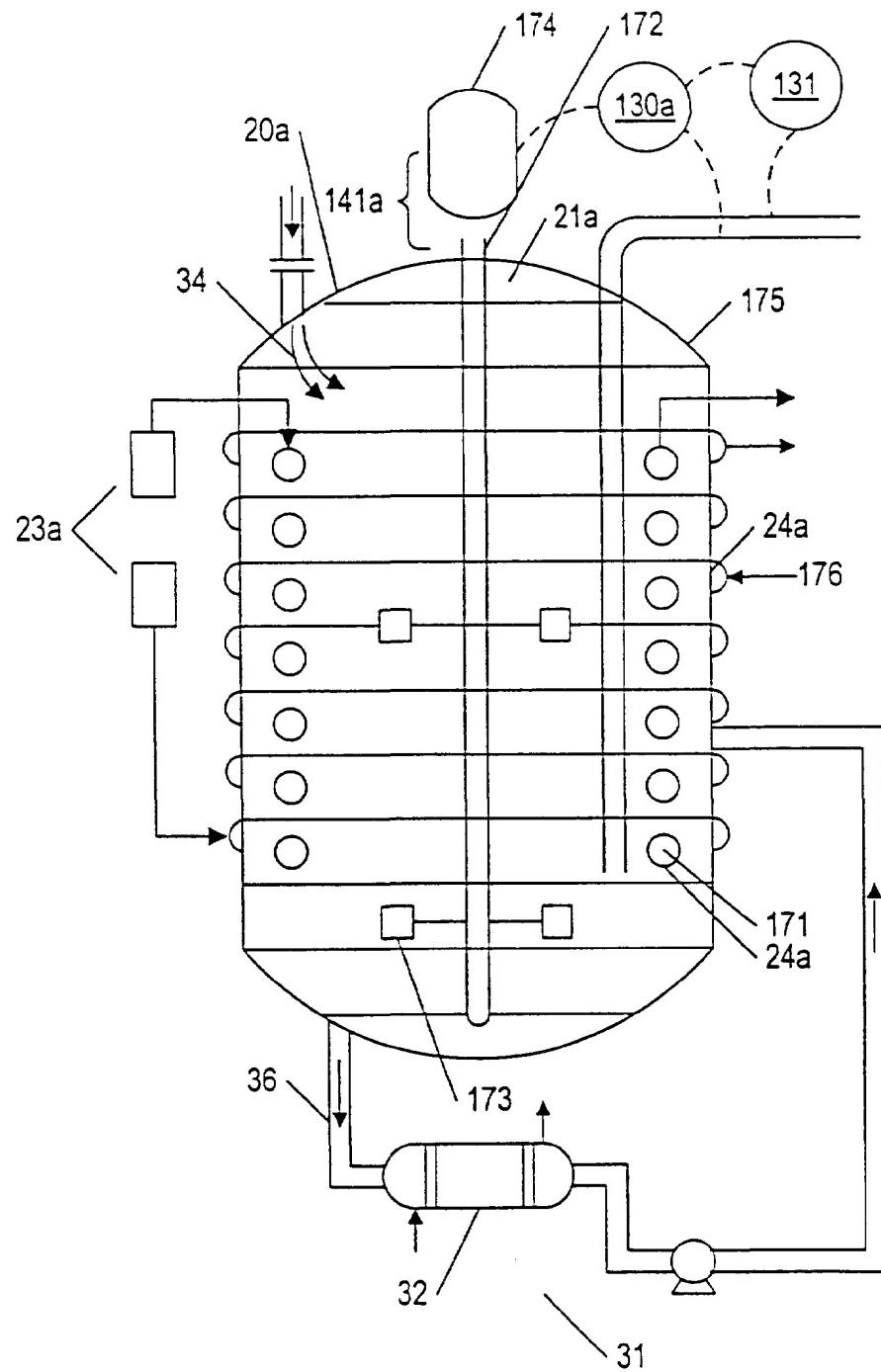


FIG. 2

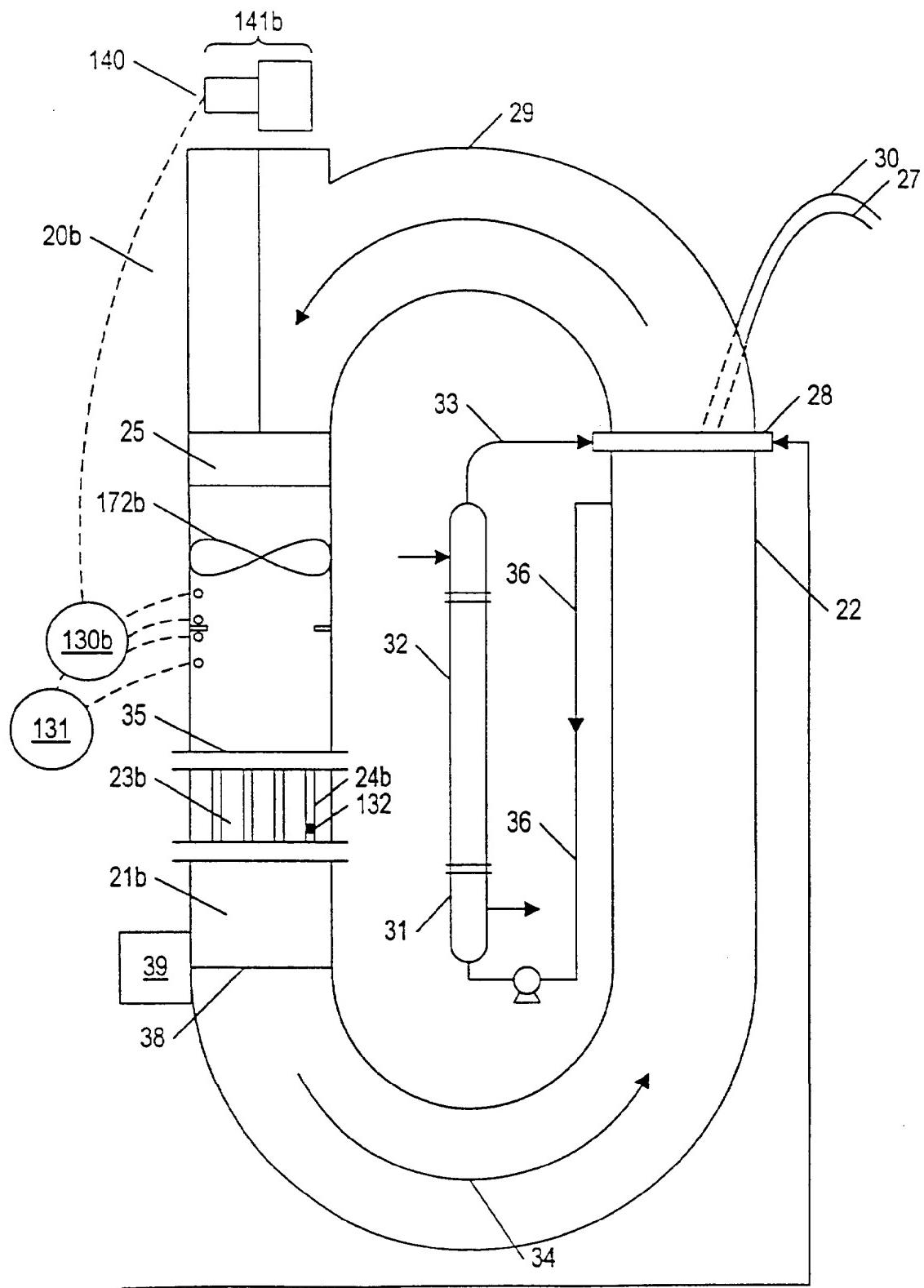


FIG. 3

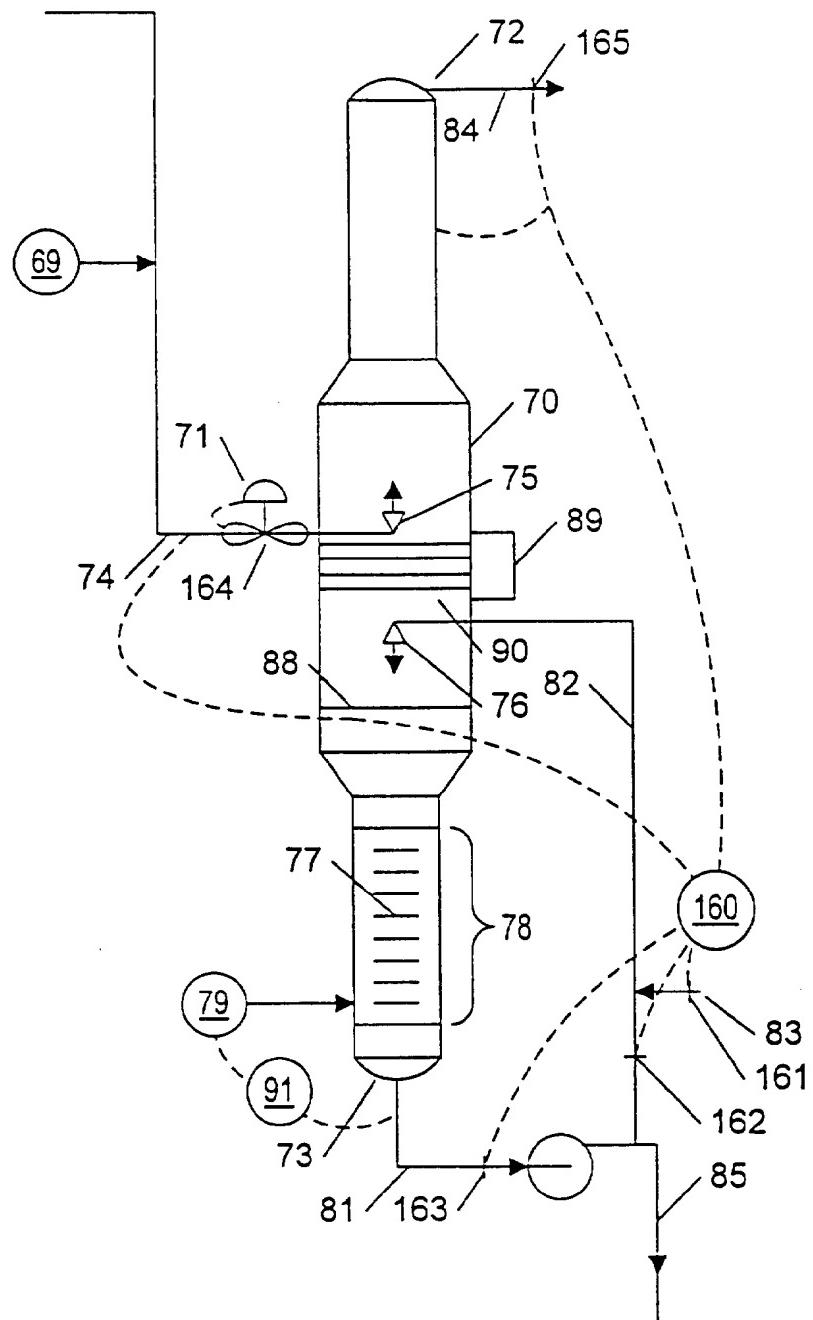


FIG. 4

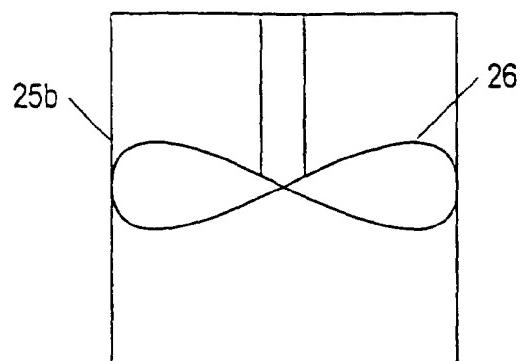


FIG. 5

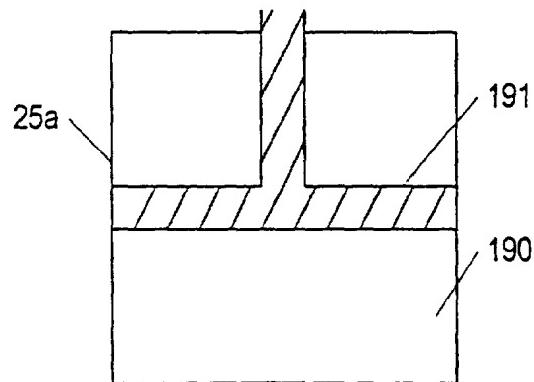


FIG. 6

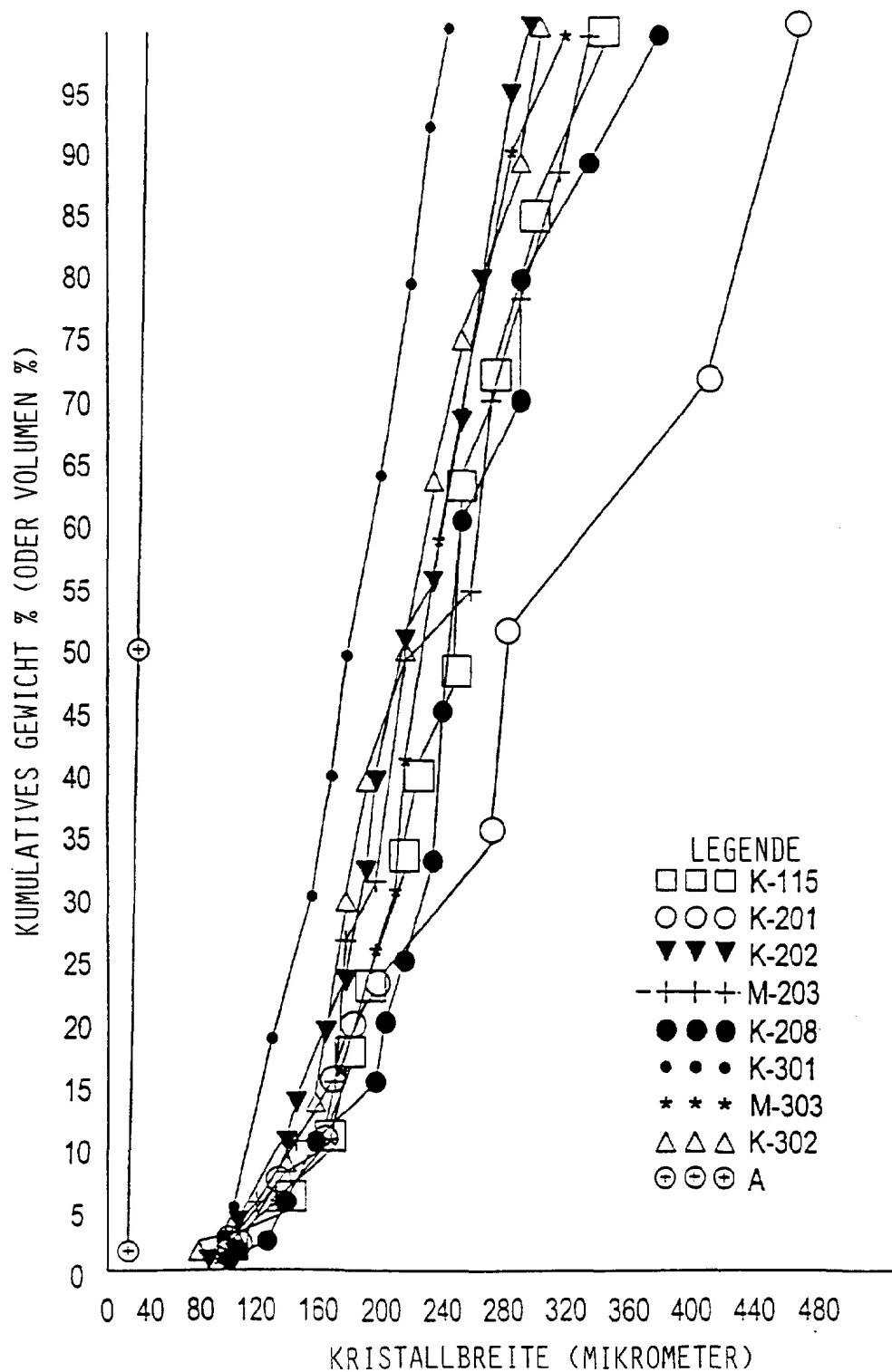


FIG. 7



US005874644A

United States Patent [19]

Gammill

[11] Patent Number: **5,874,644**
[45] Date of Patent: **Feb. 23, 1999**

[54] **METHOD AND SYSTEM FOR BISPHENOL A PRODUCTION USING CONTROLLED TURBULENCE**

[76] Inventor: **Ben Gammill**, 926 Springdale Rd.,
Austin, Tex. 78702

[21] Appl. No.: **631,865**

[22] Filed: **Apr. 12, 1996**

[51] Int. Cl.⁶ **C07C 37/68; C07C 39/72;**
C07C 39/16

[52] U.S. Cl. **568/724; 568/727; 568/728;**
568/722

[58] Field of Search **568/716, 723,**
568/724, 727, 728, 722

[56] **References Cited**

U.S. PATENT DOCUMENTS

- 2,791,616 5/1957 Luten, Jr. .
3,219,549 11/1965 Prahl et al. .
3,290,391 12/1966 Prahl et al. .
3,326,986 6/1967 Dugan et al. .
3,535,389 10/1970 De Jong .
3,673,262 6/1972 Prahl et al. .

(List continued on next page.)

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

- 0 039 845 B2 11/1981 European Pat. Off. .
3421919 A1 1/1985 Germany .

OTHER PUBLICATIONS

Miller et al., Chemical Engineers' Handbook, R.H. Perry and C.H. Chilton eds, pp. 19,26-19,30, 1973.
"Proposed Agitator Speed Change—Phenol-Bisphenol Crystallizers," Sep. 24, 1991, 3 pages.

A.W. Bamforth, A.M.I.Chem.E., "What's new in crystallization methods and apparatus?" Chemical processing 1966, 1 page.

"Crystallization," vol. 7, p. 265, 268, 269, and 724.

Process Economics Program, SRI International, Yoshio Kosaka and Kenneth B. Sinclair, "Bisphenol-A From Phenol an Acetone With and Ion Exchange Resin Catalyst—Union Carbide Technology," Sep. 1982, 32 pages.

E.J. de Jong and S.J. Jancic, "Industrial Crystallization 78—Proceedings of the 7th Symposium on Industrial Crystallization," Warsaw, Poland, Sep. 25-27, 1978, 11 pages.

Dialog Search processed Apr. 12, 1996, 6 pages.

Matsuoka, et al., "Polymorphic Solid State Transformation of BPA Crystals," pp. 1-6.

Primary Examiner—Gary Geist

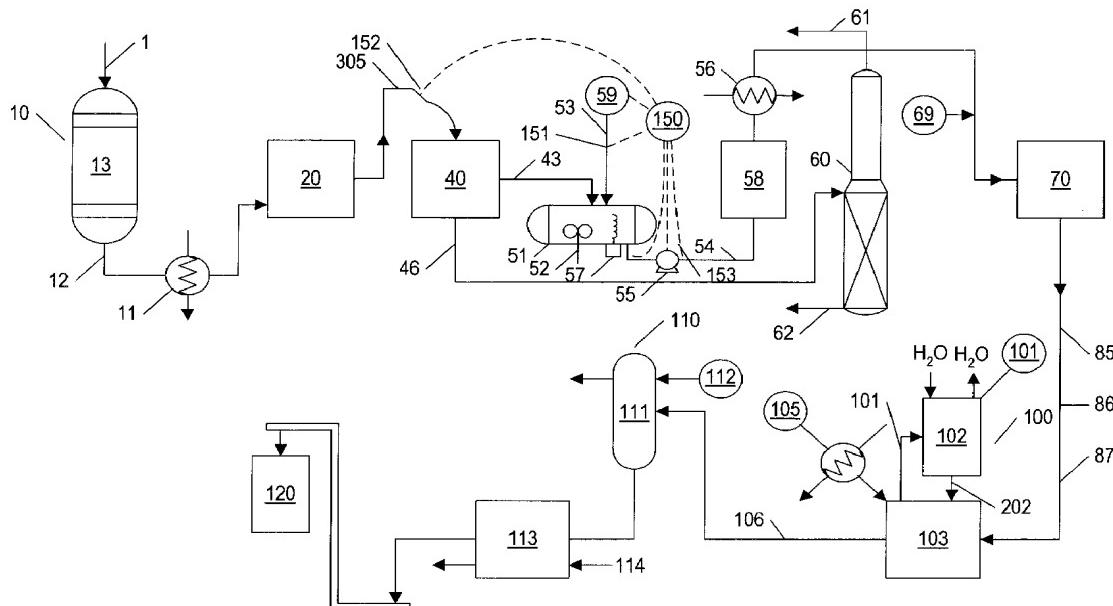
Assistant Examiner—Karl J. Puttlitz, Jr.

Attorney, Agent, or Firm—Conley, Rose & Tayon, P.C.

[57] **ABSTRACT**

Methods/systems for making a relatively high-purity bisphenol A product from phenol and acetone. Controlled turbulence is used to form bisphenol A adduct solids having improved physical properties. Phenol is separated from the bisphenol A product while inhibiting decomposition of bisphenol A.

74 Claims, 9 Drawing Sheets



U.S. PATENT DOCUMENTS

4,131,749	12/1978	Kiedik .	4,798,654	1/1989	Iimuro et al. .
4,180,683	12/1979	Mitchell .	4,822,923	4/1989	Li .
4,188,496	2/1980	Jaquiss et al. .	4,825,010	4/1989	Li .
4,192,954	3/1980	Barker et al. .	4,861,919	8/1989	Robbins et al. .
4,209,646	6/1980	Gac et al. .	4,876,391	10/1989	Kissinger .
4,300,000	11/1981	Reinitz .	4,880,884	11/1989	Mullins et al. .
4,327,229	4/1982	Mendiratta .	4,920,200	4/1990	Brunelle et al. .
4,346,247	8/1982	Faler et al. .	4,927,973	5/1990	Dong et al. .
4,348,542	9/1982	Serini et al. .	4,931,146	6/1990	Iimuro et al. .
4,351,966	9/1982	Flock .	4,942,265	7/1990	Iimuro et al. .
4,354,046	10/1982	Ladewig et al. .	4,950,804	8/1990	Iimuro et al. .
4,369,293	1/1983	Heydenreich et al. .	4,950,806	8/1990	Iimuro et al. .
4,375,567	3/1983	Faler .	4,954,661	9/1990	Iimuro et al. .
4,387,251	6/1983	Meyer et al. .	4,973,650	11/1990	Peters .
4,396,728	8/1983	Faler .	4,994,533	2/1991	Mullins et al. .
4,400,555	8/1983	Mendiratta .	4,994,547	2/1991	Brunelle et al. .
4,401,792	8/1983	Axelrod et al. .	5,015,784	5/1991	Rudolph et al. .
4,408,087	10/1983	Li .	5,105,026	4/1992	Powell et al. .
4,423,252	12/1983	Maki et al. .	5,164,464	11/1992	Hefner, Jr. et al. .
4,447,655	5/1984	Mendiratta .	5,198,591	3/1993	Kiedik et al. .
4,461,915	7/1984	Mendiratta et al. .	5,210,329	5/1993	Gomes de Matos et al. .
4,464,487	8/1984	Thomas et al. .	5,214,083	5/1993	Kodaira et al. .
4,469,838	9/1984	Liu et al. .	5,227,452	7/1993	Earls et al. .
4,492,807	1/1985	Aneja .	5,243,093	9/1993	Kissinger et al. .
4,507,509	3/1985	Mendiratta et al. .	5,245,088	9/1993	Fimuro et al. .
4,517,387	5/1985	Matsunaga et al. .	5,260,017	11/1993	Giles, Jr. .
4,529,823	7/1985	Mendiratta .	5,266,660	11/1993	Hefner, Jr. et al. .
4,533,764	8/1985	Chang et al. .	5,269,887	12/1993	Jakob et al. .
4,544,677	10/1985	Allen et al. .	5,284,981	2/1994	Rudolph et al. .
4,584,416	4/1986	Pressman et al. .	5,288,926	2/1994	Patrascu et al. .
4,590,303	5/1986	Mendiratta .	5,345,000	9/1994	Moriya et al. .
4,638,102	1/1987	Little .	5,368,827	11/1994	Moriya et al. .
4,657,890	4/1987	Garces et al. .	5,382,712	1/1995	Asaoka et al. .
4,740,634	4/1988	Gomes de Matos et al. .	5,399,784	3/1995	Asaoka et al. .
4,740,635	4/1988	Gomes de Matos et al. .	5,434,316	7/1995	Kissinger .
4,777,301	10/1988	Olson .	5,475,152	12/1995	Kissinger et al. .
4,788,249	11/1988	Maresca et al. .	5,475,154	12/1995	Lundquist et al. .

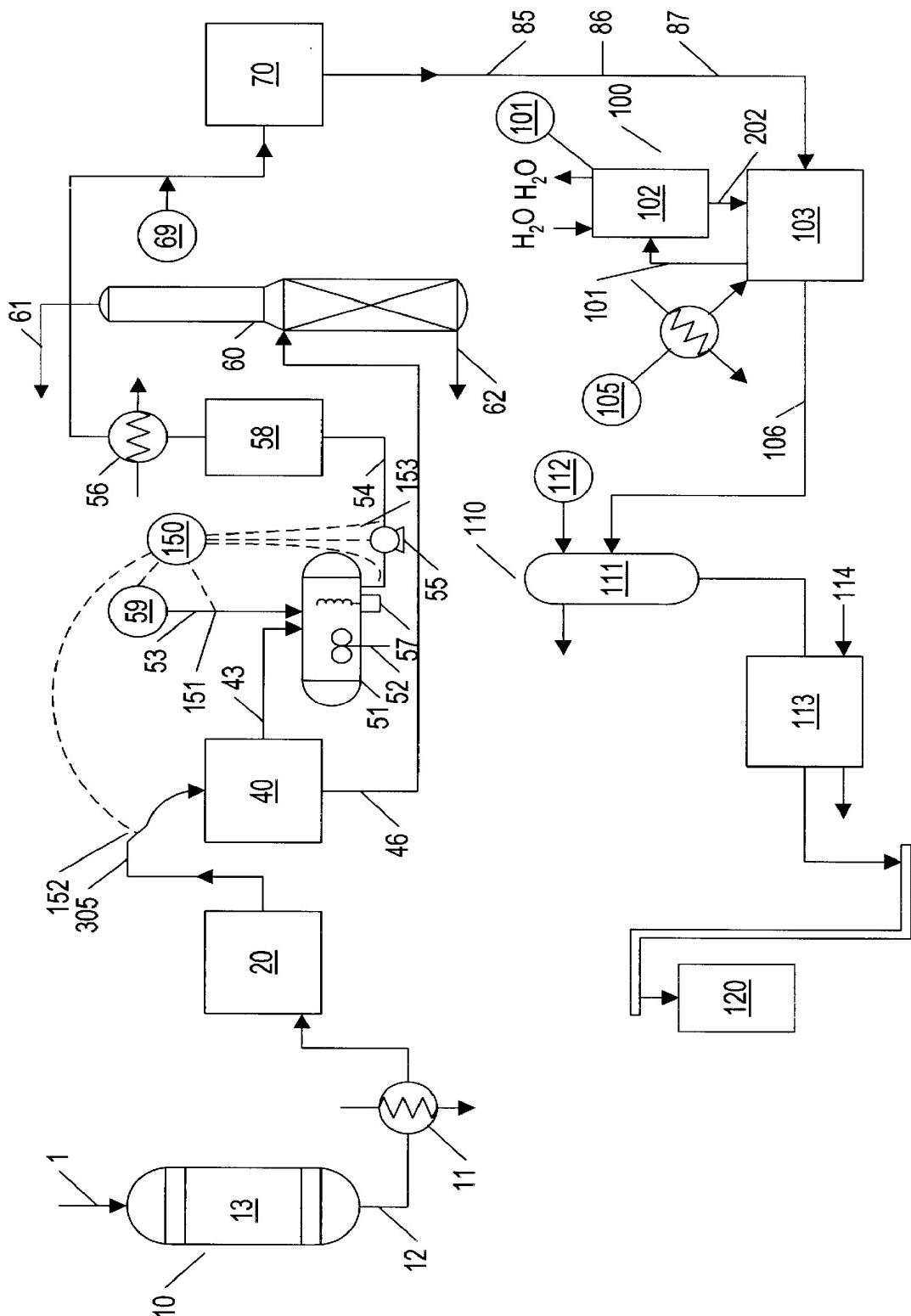


FIG. 1

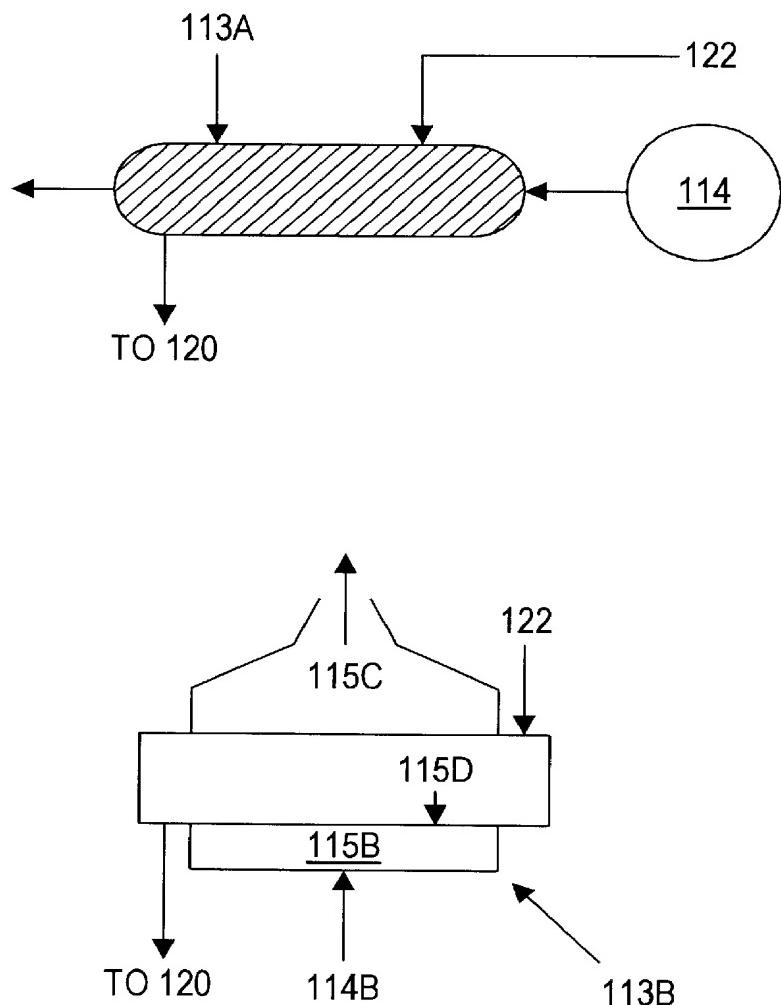


FIG. 1A

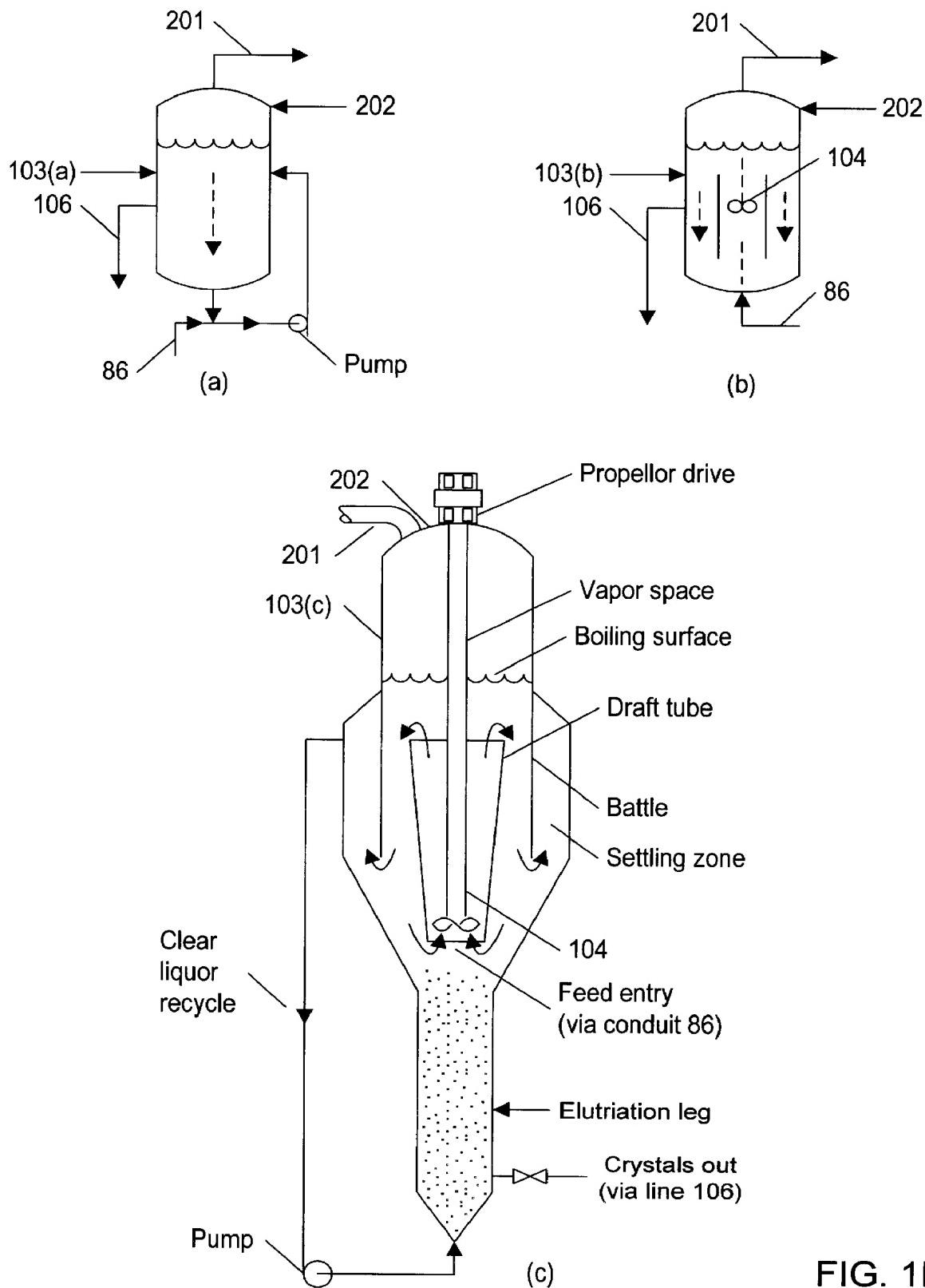


FIG. 1B

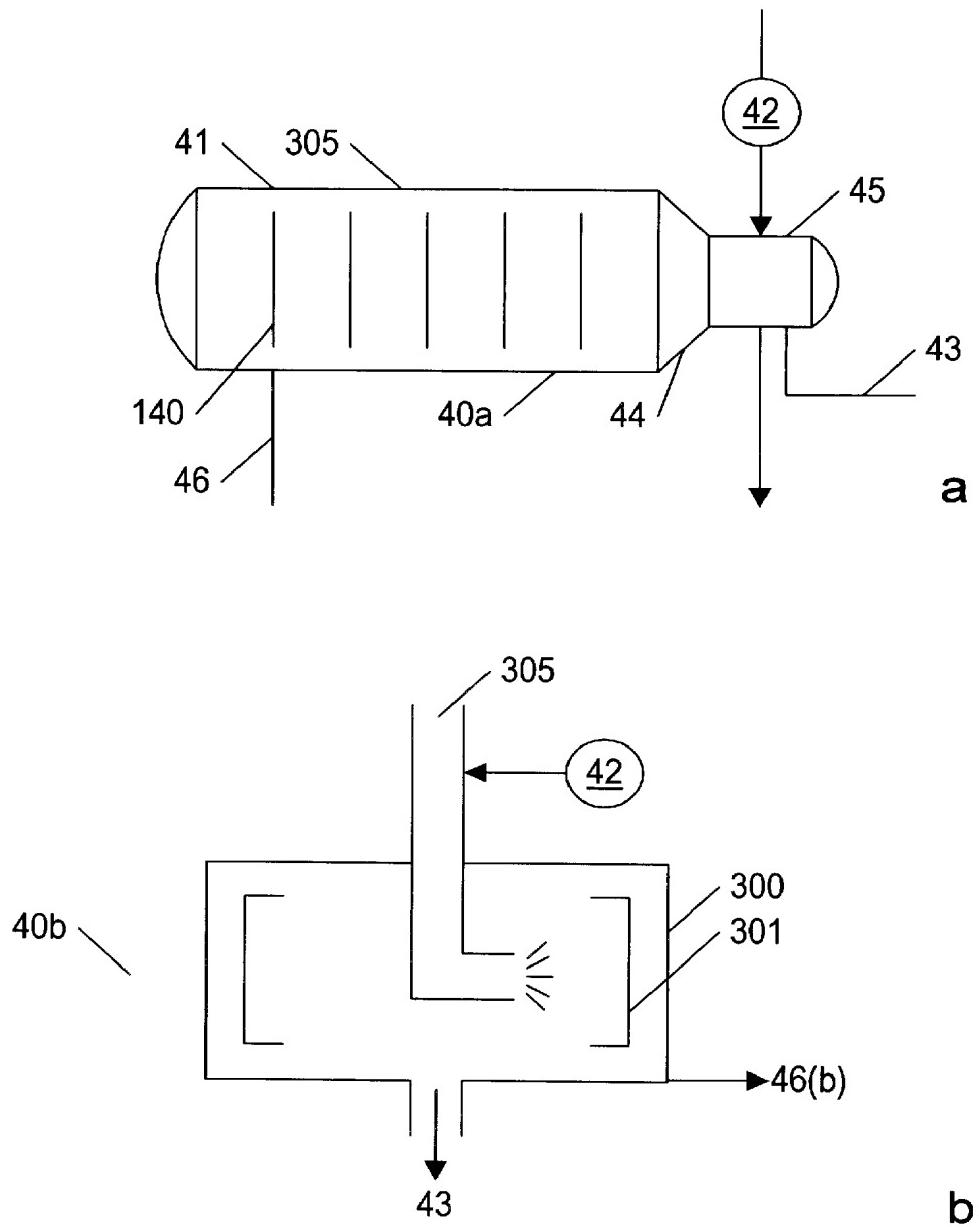


FIG. 1C

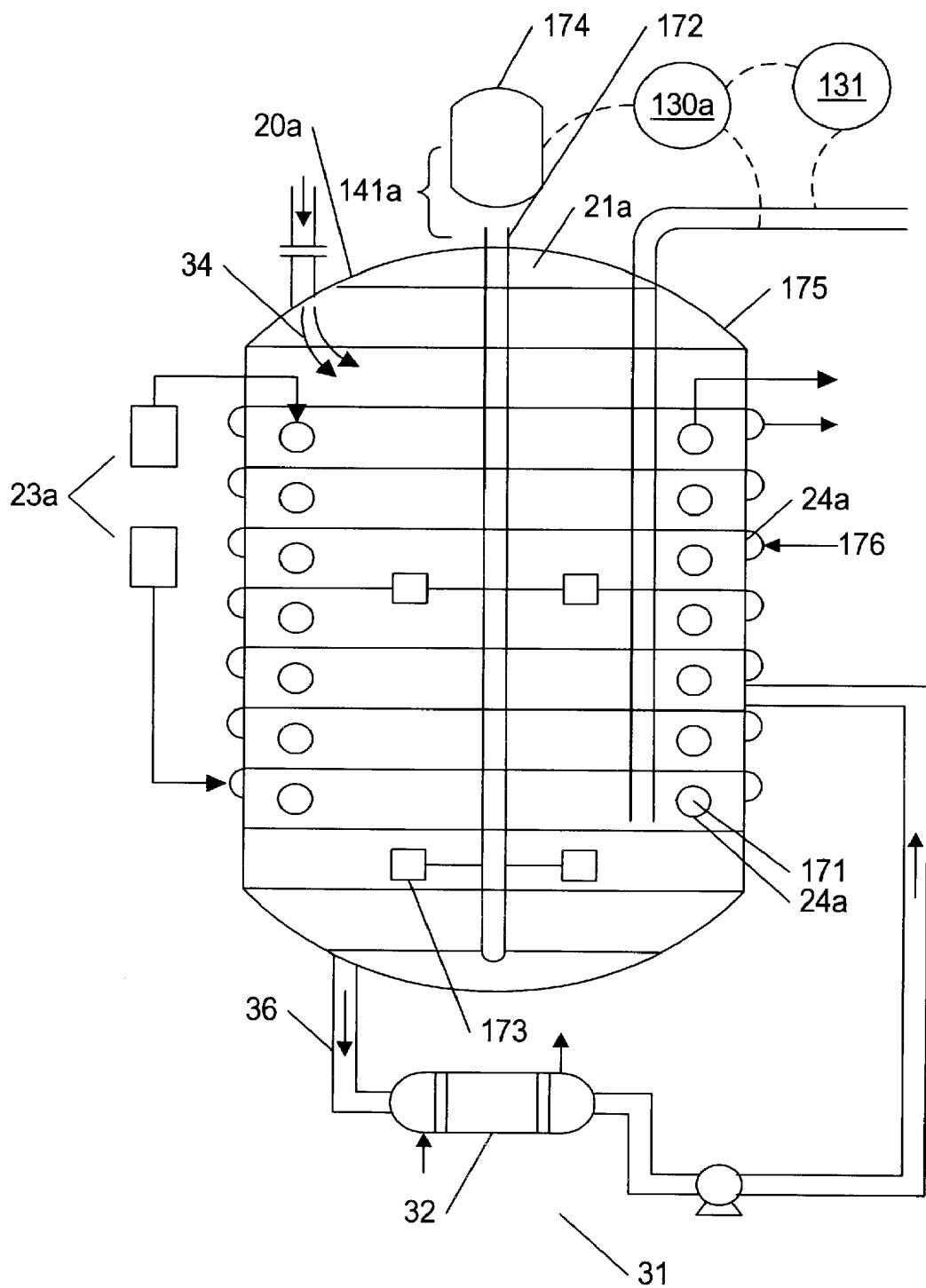


FIG. 2

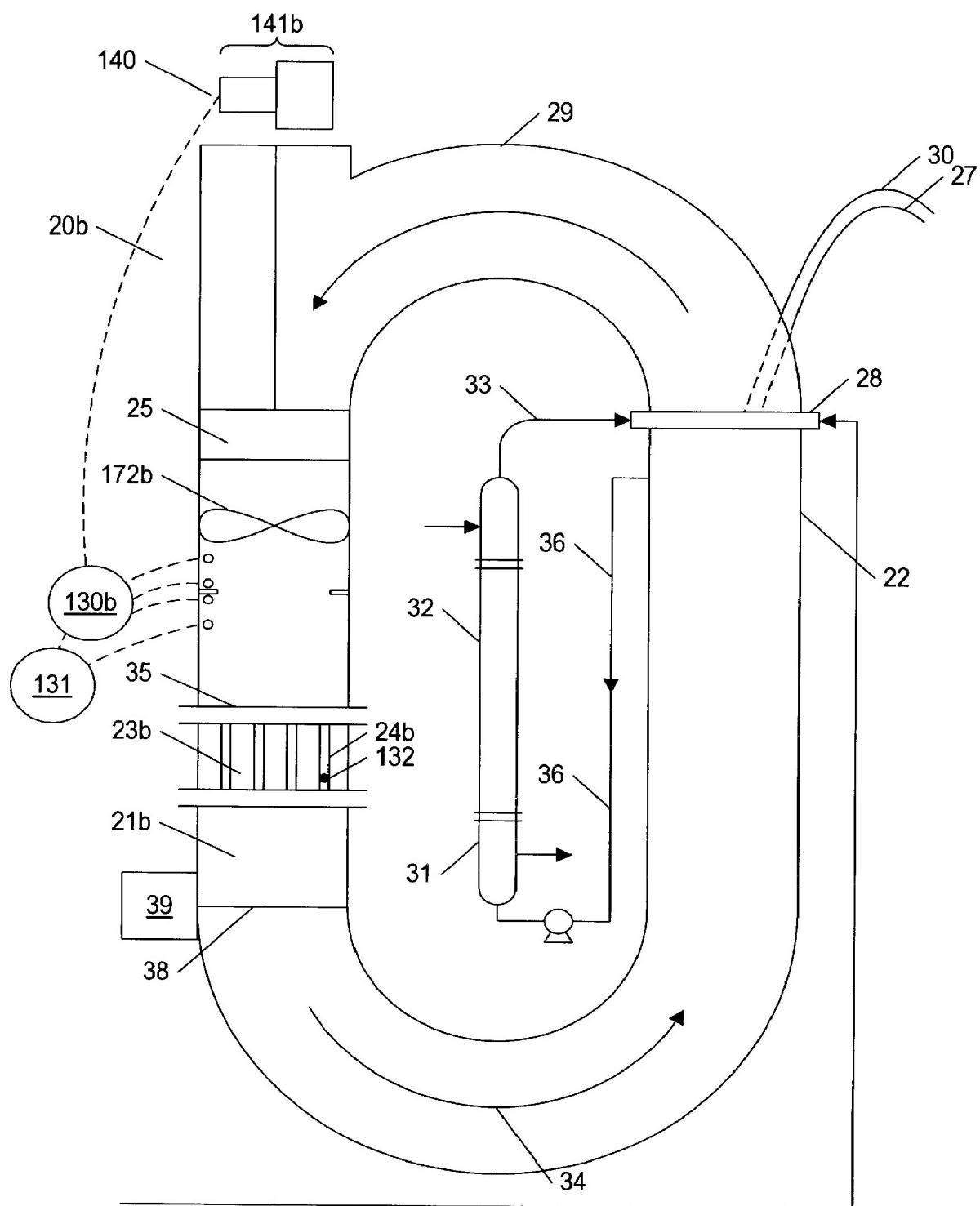


FIG. 3

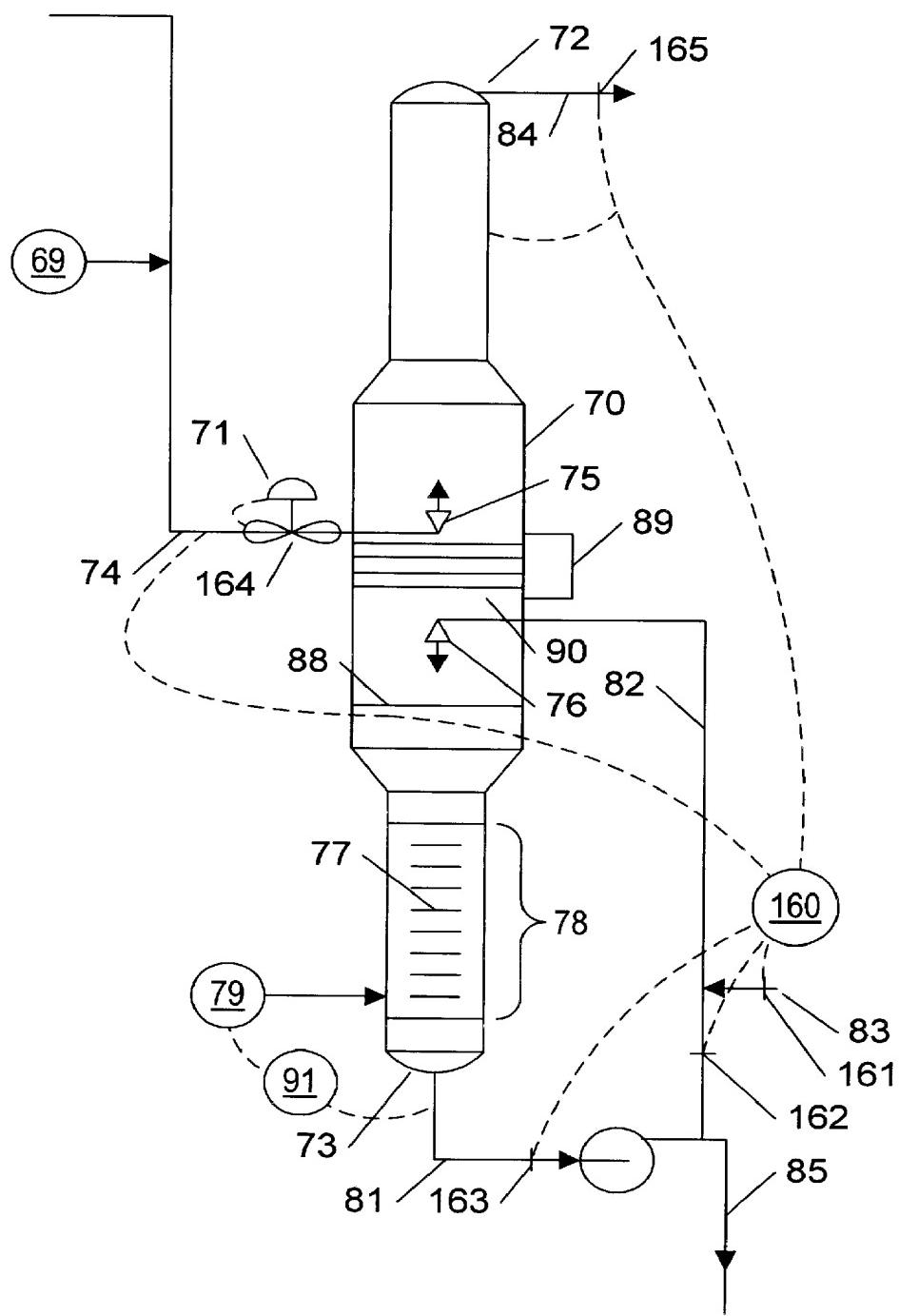


FIG. 4

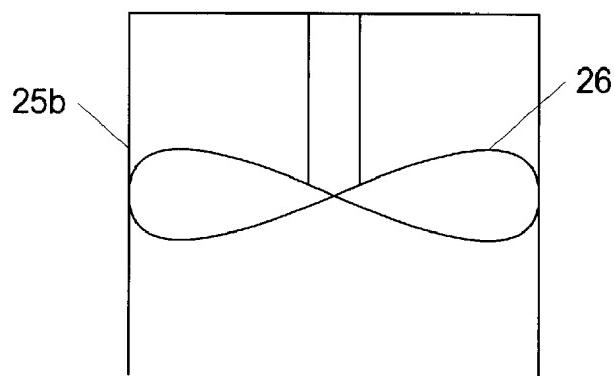


FIG. 5

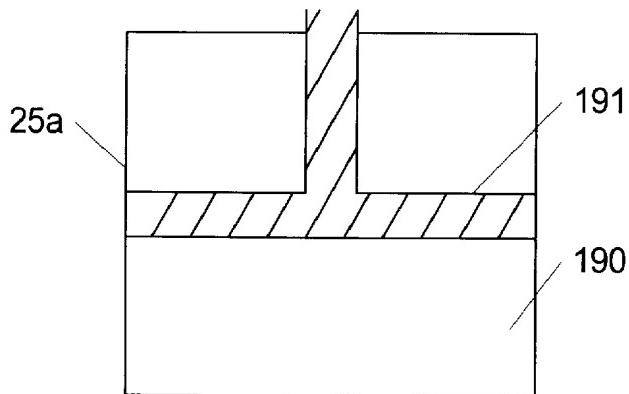


FIG. 6

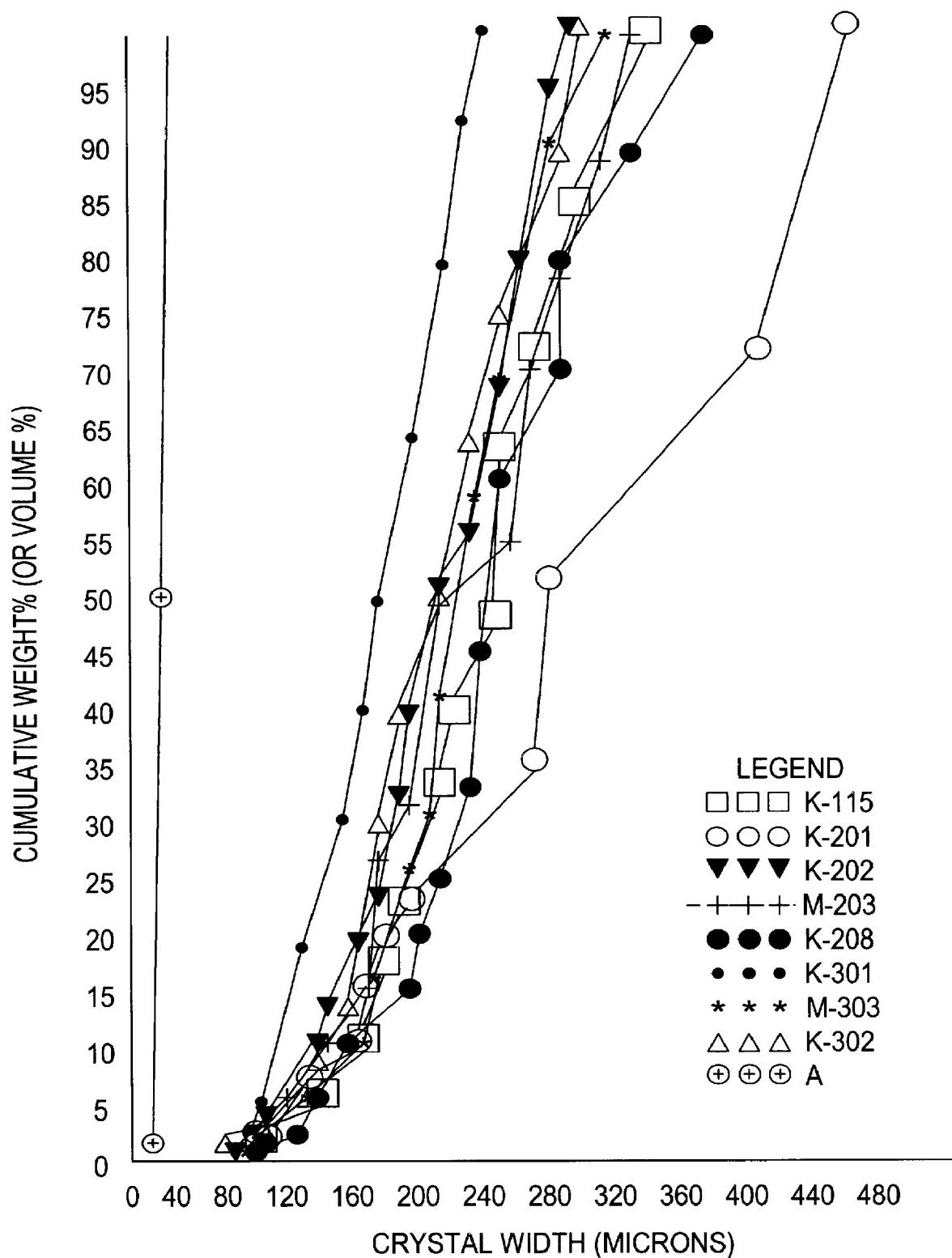


FIG. 7

1

**METHOD AND SYSTEM FOR BISPHENOL A
PRODUCTION USING CONTROLLED
TURBULENCE**

BACKGROUND OF THE INVENTION

1. Field of the Invention

The present invention generally relates to methods and systems for producing relatively high-purity bisphenol A products. More particularly, in one embodiment of the invention, the methods and systems relate to making a bisphenol A product of at least 99 weight percent purity that is formed while decomposition of bisphenol A is inhibited. In another embodiment, the methods and systems relate to forming adduct solids that contain bisphenol A and have a length to width ratio of less than about 5:1. Either one of the embodiments may be used in conjunction with the other embodiment.

2. Description of the Related Art

Bisphenol A ("BPA") is an important raw material in the production of epoxy resins and polycarbonate resins. Bisphenol A may be produced by various techniques, but typically it is prepared in an acid-catalyzed, condensation reaction of two moles of phenol and one mole of acetone. Commonly-used catalysts include hydrochloric acid, a mixture of sulfuric acid and hydrochloric acid, and an acidic form of an ion-exchange resin. A secondary catalyst may be employed to shift the reaction toward the production of the p,p isomer and away from the production of the o,p isomer and other impurities. In the following description, it is to be understood that the term "bisphenol A" or "BPA" refers to the p,p isomer and not the o,p isomer, as the o,p isomer is considered an impurity. A BPA product having a purity of less than about 99.5 percent is usually unsuitable for making polycarbonates.

It is well known to practitioners of the art that exposure of bisphenol A to a temperature approaching or exceeding its pure melting point (about 157° C.) may cause partial decomposition of bisphenol A to form phenol and impurities such as isopropenyl phenol. Isopropenyl phenol is a highly reactive species that polymerizes to form color body precursors that may be oxidized to become color bodies. Color bodies are undesirable species that increase the yellowness index of polycarbonate resins. The yellowness index is a measure of the clarity of the resin. The clarity of the resin increases as the yellowness index decreases. Temperature-induced decomposition of bisphenol A intensifies when the molar concentration of phenol is less than that of bisphenol A, with the rate of decomposition increasing as the concentration of phenol decreases relative to the concentration of bisphenol A. Thus, it is advantageous to maintain the temperature below about 150° C. in any process step where the number of moles of bisphenol A present is greater than the number of moles of phenol present. Decomposition of bisphenol A increases as the time that the bisphenol A is exposed to a temperature above its pure melt point increases. "Heat history" refers to the amount of time that the BPA-containing medium has been exposed to temperatures in excess of the pure BPA melting point while the number of moles of bisphenol A present is greater than the number of moles of phenol present. Those skilled in the art recognize that the suitability of a bisphenol A product as a raw material to make polycarbonates and other selected materials is inversely related to its heat history. A significant heat history may render the bisphenol A product totally unsuitable for making polycarbonates and selected other materials.

Additionally, exposure of bisphenol A to oxygen and/or acidic species will tend to catalyze decomposition of bisphe-

2

nol A. Therefore, a goal of practitioners of the art is to minimize the entry of oxygen and acidic species into the process. Small amounts of acidic species and oxygen are inevitably present in the process stream. Practitioners of the art tend to encounter problems when employing a vacuum system in the purification and/or recovery process, since such a system may promote air seepage into process streams, thereby providing additional oxygen for the formation of color body impurities.

10 The alcohol color is commonly used as a measure of the tendency of bisphenol A product used for making epoxy resins to increase the color of the epoxy resins. As the alcohol color of a BPA product decreases, the tendency of the BPA product to increase the color of an epoxy resin decreases. BPA products having an alcohol color greater than about 20 may be unsuitable as a raw material for some epoxy processes. The caustic color is commonly used as a measure of the tendency of bisphenol A product used for making polycarbonate resins to increase the yellowness index of the resins. As the caustic color of a BPA product decreases, the tendency of the BPA product to increase the yellowness index of a resin decreases. BPA products having a caustic color greater than about 15 tend to be unsuitable for making polycarbonates with low yellowness indexes.

25 In the preparation of bisphenol A by the reaction of phenol and acetone, practitioners of the art typically perform an initial purification step (i.e., the first adduct crystallization step) in which an adduct solid (i.e., adduct crystal) is formed that has a substantially equal number of moles of bisphenol A and phenol.

30 Some methods relate to recovering a bisphenol A product directly from the BPA-phenol adduct crystal without further intermediate purification steps. Bisphenol A product is then typically recovered. Often, these methods involve a second adduct crystallization to produce an intermediate grade product from the mother liquor (i.e., from the liquid effluent in the first adduct crystallization step) that failed to solidify in the first adduct crystallization. The intermediate grade solids are then typically recycled into the feed stream of the first adduct crystallization zone to increase the bisphenol A concentration in the feed stream and to increase the amount of bisphenol A relative to impurities in the first adduct crystallization zone.

35 Some methods relate to melting the adduct crystal to form a melt, and then stripping phenol from the melt in a falling film still or wiped film evaporator.

40 The above-described methods typically operate under a vacuum at a pressure of about 30–50 torr and expose bisphenol A to a temperature of about 180°–200° C. Trace amounts of phenol are then removed by steam stripping at a temperature typically about 180°–200° C., leaving a bottoms product melt termed "crude bisphenol A." The crude bisphenol A is then further purified in a medium other than phenol, with the medium typically being an organic solvent. Typically, the crude bisphenol A is crystallized from the medium, and then the bisphenol A product is typically melted and subjected to a distillation procedure to remove residual solvent from the melt before a bisphenol A product is recovered.

45 Some methods relate to redissolving the adduct crystals in clean phenol and again extracting a bisphenol A adduct crystal in a second crystallization step. Phenol may then be removed using a falling film still or wiped film evaporator, and a steam stripper, at temperatures as described above.

50 The remaining finished bisphenol A is then solidified in a prilling or flaking process. Such prilling and flaking processes are well known in the art.

A variety of techniques exist for the recovery of a sufficiently pure bisphenol A product for use in polycarbonates, however it is believed that all such processes used by practitioners of the art expose bisphenol A to a temperature above at least 160° C.

Chang et al. (U.S. Pat. No. 4,533,764) appear to disclose a method directed to "removing the remaining small quantities of solvent to a parts per million level", the solvent being "occluded solvent" that is present in bisphenol A "produced from solvent crystallization." Chang et al. mention solvents including methanol, acetone, methyl formate, benzene, toluene, xylene, 2-propanol, chloroform, methylene chloride, ethylene dichloride, and trichloroethane, however phenol is not stated as a solvent applicable to the Chang et al. process.

Iimuro et al. (U.S. Pat. No. 4,931,146) appear to disclose a process for obtaining high-priority bisphenol A by removing phenol from an adduct of bisphenol A with phenol and removing continuously the residual phenol by steam stripping, wherein a multi-tubular packed column is used as stripping equipment. The method of Iimuro et al., however, appears to subject bisphenol A to high temperatures (160°–200° C.) during the removal of phenol.

Jakob et al. (U.S. Pat. No. 5,269,887) appear to disclose a method in which phenol is removed from a BPA-phenol adduct using solid phase drying (sublimation). The method of Jakob et al., however, employs a vacuum. This vacuum tends to promote air seepage into the process. A goal of practitioners of the art is to minimize oxygen exposure in the system to prevent the formation of color bodies.

A number of other patents appear to be directed at purifying bisphenol A, including U.S. Pat. No. 4,354,046, U.S. Pat. No. 3,673,262, U.S. Pat. No. 3,290,391, U.S. Pat. No. 3,219,549, U.S. Pat. No. 2,791, 616, U.S. Pat. No. 3,326,986, U.S. Pat. No. 3,535,389, and U.S. Pat. No. 5,475,152. It is believed that the solvent leaching techniques presented in many of these references are typically performed subsequent to a high temperature distillation step in which a crude bisphenol A product is obtained. Such leaching techniques alone are believed to be insufficient to produce a bisphenol A product of adequate purity for use in polycarbonate resins.

All of the above-mentioned patents are herein incorporated by reference.

Adduct solids of bisphenol A have a natural tendency to grow in a long, slender shape. Practitioners of the art typically produce bisphenol A solids with a length to width ratio of at least 5:1. In the preparation of adduct solids that contain bisphenol A, the formation of "short," "fat," robust solids with the lowest possible length to width ratio is preferred to allow the formation of a stable and porous cake during recovery of the solids. As the porosity of the solids cake increases, the cake wash efficiency is increased and the deliquoring properties of the cake are enhanced. Practitioners of the art aim to create a gentle environment for solidification in order to prevent breakage of the solids. In addition, a gentle environment avoids turbulence that may induce secondary nucleation. Secondary nucleation tends to result in the formation of "fines." "Fines" are relatively small (e.g., less than 20 micron average width), undesirable solids that promote the formation of a tight, compact cake with poor deliquoring and wash characteristics. Tight, compact cakes have a large surface area to volume ratio and tend to hold excessive amounts of liquor. Practitioners aim to create larger solids to inhibit compacting of the recovered solids cake. To achieve the formation of larger solids,

practitioners of the art maintain a low stream velocity in their crystallizers to prevent turbulence and breakage of the formed solids. Additionally, some practitioners of the art remove acetone and water from the composition from which the BPA-phenol adduct solid is formed. Acetone and water are removed from the composition prior to its introduction into a solidification unit where the adduct solid is formed. An effect of the removal of acetone and water is a significant increase in the viscosity of the composition, which impedes the formation of turbulence in the solidification unit.

SUMMARY OF THE INVENTION

One embodiment of the invention relates to making a bisphenol A product of greater than about 99 weight percent purity that is formed in a process where decomposition of the bisphenol A is inhibited. Phenol and acetone may be reacted, resulting in a reactor effluent that includes bisphenol A, phenol, unreacted acetone and water produced by the reaction. The effluent may be directed to a first solidification system and then a first recovery system where a solid (e.g., adduct) of bisphenol A and phenol is obtained. Water (e.g., liquid or steam) may be added to the adduct to form an adduct solution with a lower melting point than the adduct solid. The adduct solid may be melted before such water is added. Phenol may be removed from the adduct solution in a column at a temperature below about 150° C. to inhibit the decomposition of bisphenol A to color body precursors. The pressure of the column is preferably greater than atmospheric to avoid air seepage into the system that may oxidize any color body precursors present in the system. The column bottoms stream preferably contains less than about 1 weight percent phenol, and at least a portion of it is preferably directed to the second solidification system and second recovery system where a bisphenol A product is obtained that contains at least about 99 weight percent bisphenol A.

Another embodiment of the invention relates to forming "solids" that contain bisphenol A and have a mean length to width ratio of less than about 5:1. It is to be understood that "solids" refers to useful, growth solids such as crystals and the like. Phenol and acetone may be reacted, resulting in a reactor effluent that includes bisphenol A, phenol, unreacted acetone and water produced in the reaction. The effluent may be passed through a solidification chamber. The turbulence of the stream in the chamber is preferably monitored. The turbulence of the stream is also controlled to allow sufficiently turbulent flow to fragment first solids to initiate the formation of second solids having a length to width ratio of less than about 5:1. The turbulence may also be controlled to inhibit or prevent: (a) substantial secondary nucleation from being induced by the turbulence, (b) a fouling rate of a cooling surface to exceed a specified rate, and/or (c) formation of fines. A portion of the stream preferably exits the chamber into a recovery system where the solid product is preferably separated and washed. The portion of the stream that is not recovered as a solid product is preferably directed to a drying column where acetone and water are removed. The drying column is preferably located downstream of the first solidification system so that the viscosity of the reactor effluent is not increased prior to the introduction of the effluent into the solidification chamber.

The above-mentioned embodiments may be used in combination with one another. In another embodiment, the above-mentioned improved solidification method may be employed to make the BPA-phenol adduct in the above-mentioned method of making a bisphenol A product of at least a purity of 99 weight percent while inhibiting the decomposition of bisphenol A.

An advantage of an embodiment of the invention is that it can be used to make a bisphenol A product of at least 99 weight percent bisphenol A that has no heat history.

Another advantage of the invention is that it may be used to reduce the melt point of a BPA-phenol adduct solid, allowing the removal of phenol in a column at a pressure of at least atmospheric pressure and at a lower temperature than is possible in conventional processes.

Another advantage of the invention relates to improving the physical properties of bisphenol A adduct solids.

Yet another advantage of the invention relates to decreasing the rate of fouling in a bisphenol A solidification system to improve production capacity of the system.

Still another advantage of the invention relates to maintaining a favorable stream viscosity to facilitate creation of a selected amount of controlled turbulence in a bisphenol A solidification system.

Another advantage of the invention relates to reducing the concentration of trace acids and chlorides in an adduct solution with an anionic exchange resin.

Yet another advantage of the invention relates to substantially eliminating the presence of fines in a bisphenol A solidification unit without adding heat to the system.

Further advantages, and novel features are provided in the following detailed description and will become apparent to those skilled in the art.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

FIG. 1 is a flow diagram illustrating various embodiments of the invention.

FIG. 1A depicts alternate embodiments of dryers.

FIG. 1B depicts alternate embodiments of crystallizers in a second solidification system.

FIG. 1C depicts alternate embodiments of first recovery system 40.

FIG. 2 is a schematic diagram of an embodiment of a solidification system.

FIG. 3 is a schematic diagram of another embodiment of a solidification system.

FIG. 4 is a schematic diagram of an embodiment of a column.

FIG. 5 is a schematic diagram of an embodiment of a pump.

FIG. 6 is a schematic diagram of another embodiment of a pump.

FIG. 7 is a plot of cumulative volume/weight for various solids (crystals) made in a plant in India.

DETAILED DESCRIPTION

This invention generally relates to methods, systems and apparatus for making a relatively high purity bisphenol A product.

Referring to FIG. 1, in an embodiment, mixture 1 of phenol and acetone is introduced into a reactor 10. Mixture 1 preferably may be at a temperature ranging from about 60° C. to about 65° C. Mixture 1 may be introduced into a reactor system that includes more than one reactor 10, and the reactors may be arranged in parallel, series, or in parallel trains, the trains including reactors connected in series.

Reactor 10 preferably contains an ion-exchange (e.g., cation) resin catalyst in the form of beads, although the reaction of phenol and acetone to produce bisphenol A may be accomplished by various other catalysts well known in

the art. Ion-exchange resin 13 may absorb a significant amount of color bodies and other impurities. Water may also be absorbed by resin 13 causing it to swell and dump amounts of color bodies and other impurities into the process stream. The amount of water entering reactor 10 in mixture 1 is preferably minimized, since an additional amount of water is formed during the reaction of phenol and acetone. In an embodiment, the mixture 1 preferably contains less than 0.1 weight percent water. The reaction of phenol and acetone is exothermic, however reactor 10 is preferably operated so that the heat generated during the reaction causes the reactor effluent to emerge at a temperature below about 75° C. When reactor effluent 12 is at a temperature greater than about 75° C., cooler 11 may be required to cool the effluent to allow effective operation of first solidification system 20. In an embodiment, mixture 1 flows vertically through the reactor in a direction from the bottom of the reactor to the top of the reactor. Acetone is preferably maintained in slight stoichiometric excess of bisphenol A formed in reactor 10 to inhibit the formation of additional impurities, thereby inhibiting a corresponding decrease in BPA formation. Reactor effluent 12 includes bisphenol A, phenol, and preferably less than about 3 weight percent (and more preferably, less than about 1 weight percent) each of water and acetone.

Practitioners of the art typically purge at least a portion of heavy process impurities when they reach or exceed a predetermined level in reactor 10. The purge commonly is withdrawn from a stream that is recycled to the reactors. In an embodiment of the invention, the level of impurities is allowed to build until it reaches or exceeds an equilibrium level. The equilibrium impurity level is reached when about 1 part of impurities is present for an amount of bisphenol A between about 1.4 and 2.0 parts. While the level of impurities is at or in excess of the equilibrium level, few or no new impurities will be formed in the reactor. The level of impurities may approach the equilibrium level if impurities rearrange to form BPA, and the level of impurities may fall below the equilibrium level if impurities leave the process in a bisphenol A product. A relatively small amount of new impurities may form to replace the impurities that have rearranged to form BPA or that have exited the process in a BPA product. Ion-exchange resin 13 is preferably capable of absorbing impurities for a substantial time period before regeneration or replacement of the resin is necessary. In one embodiment, the purging of impurities and replacement or regeneration of the ion-exchange resin each occur once per year of operation. Purging less frequently than is done in conventional methods substantially decreases the mass of impurities formed, hence decreasing the mass of impurities that must be treated. Additionally, reducing the mass of impurities formed tends to increase the mass of product BPA that can be produced per unit mass of mixture 1.

In an embodiment, reactor effluent 12 is directed to first solidification system 20. A number of embodiments of solidification system 20 are illustrated in FIG. 2 and FIG. 3. Solidification system 20 preferably includes a solidification chamber 21 within which stream 34 is substantially continuously stirred, agitated, or circulated. In an embodiment, the solidification chamber includes a conduit loop. Such a solidification chamber (e.g., conduit loop) applicable to methods of the present invention is available from Messo-Chemietechnik in Duisburg, Germany. Within the solidification chamber is a solidification zone, a region where solids may form in stream 34.

The solidification zone occurs where stream 34 is "super-saturated" with bisphenol A. "Supersaturation" of stream 34

with bisphenol A means that an excess of bisphenol A is present in stream 34 such that not all of the bisphenol A present can dissolve in stream 34. Supersaturation also generally means that the stream is below its "cloud point" with respect to bisphenol A. As the temperature of stream 34 is lowered, the solubility of bisphenol A in the stream will decrease. The "cloud point" of a stream is the temperature at which the formation of solids in the stream may first be visually observed.

The formation of solids in stream 34 will cease without supersaturation. As such, the formation of solids in stream 34 will cease when an amount of bisphenol A solidifies and causes the concentration of bisphenol A in the fluid phase to fall below a concentration range necessary for supersaturation.

The formation of solids will also cease if the stream temperature rises above the cloud point. Such a temperature rise may be due to heat generated by solidification and/or the inflow of feed at a temperature above the cloud point. In an embodiment, the solidification zone includes substantially all points where stream 34 is present in solidification chamber 21a. In an embodiment, solidification chamber 21b is of sufficient length to allow stream 34 to fall essentially to the level of bisphenol A saturation in the conduit loop at point 22, located immediately before the feed enters first solidification system 20 through feed conduit 28.

Practitioners of the art typically aim to maintain a concentration of bisphenol A of below about 20 weight percent in the feed stream to solidification system 20. In an embodiment of the invention, however, the feed stream to solidification system 20 includes about 30 weight percent bisphenol A, about 50 weight percent phenol, and about 20 weight percent impurities. Methods of the present invention allow the formation of a sufficient amount of solids having a desirable shape using the feed compositions described above as well as many other feed compositions.

In an embodiment, cooling system 23b includes cooling surface 24b and is employed within the solidification chamber to remove heat from the chamber such that the temperature of stream 34 within the solidification zone is controlled within a predetermined range (i.e., between about 40° C. and about 55° C.). In an embodiment, cooling system 23b includes a shell and tube heat exchanger, and stream 34 preferably flows through the tubes 132 of the exchanger, with a cooling fluid flowing through the shell side. In an embodiment, solidification system 21a preferably includes a vessel 175 with a cooling surface 24a (located, e.g., on cooling coil 171) located within the vessel. In an embodiment, solidification system 21a includes a vessel with a cooling surface 24a (located, e.g., on cooling coil 176) located on the exterior of the vessel. In each of the above embodiments, the cooling fluid is preferably water, although any of a number of cooling fluids may be used. A number of other cooling systems may be used within solidification system 20. Preferably stream 34 is maintained at a temperature above 40° C. to prevent freezing of phenol, which has a pure melt point at about 41° C.

Some practitioners remove a significant portion of the water and acetone in reactor effluent 12 prior to the entrance of the effluent into solidification chamber 21. Removing water and acetone from the stream increases the viscosity of the stream and decreases the solubility of bisphenol A in effluent 12. Hence, solidification cooling requirements tend to be decreased.

In an embodiment of the invention, however, water and acetone preferably remain in effluent 12 when it enters first

solidification system 20. Bisphenol A is more soluble in effluent 12 prior to the removal of water and acetone from the effluent. Therefore, the cloud point temperature of effluent 12 may be reduced by the water and acetone remaining in effluent 12. Practitioners typically seek to minimize the amount of cooling required for solidification, however additional cooling may be required for solidification when acetone and water are allowed to remain in effluent 12. The presence of acetone and water in stream 34 reduces its viscosity, however, providing advantages as described below.

The turbulence of stream 34 is controlled as it passes through chamber 21. A significant embodiment of the invention relates to achieving and controlling turbulence in stream 34 to reach a selected level of turbulent flow that is sufficient to break or fragment a portion of solids in the stream. In an embodiment, driving system 141b controls the velocity of stream 34 to create turbulence in the stream as it passes through chamber 21b. In an embodiment, turbulence is created and controlled in stream 34 as it passes through chamber 21a using driving system 141a. Turbulence in stream 34 preferably occurs as the stream contacts the cooling surface 24a/24b. In an embodiment, turbulence is created and controlled in stream 34 as it passes within the tubes 132 of cooling system 23b. In another embodiment, turbulence is created and controlled in stream 34 as it passes over coil 171 in solidification chamber 21a. In yet another embodiment, turbulence is created and controlled in stream 34 as it contacts cooling surface 24a of both coil 171 and coil 176.

It is believed that creating and controlling turbulence in the manner described above is contrary to conventional wisdom. Practitioners typically aim to prevent solids from fragmenting to allow the formation of larger solids. The method of the present invention, however, relates to fragmenting a portion of the solids in chamber 21 known as "first solids." "First solids" are solids that have a tendency to fragment when subjected to the controlled turbulence generated in chamber 21 due to their relatively high length to width ratio (e.g., typically 6:1, 8:1, or greater). The relatively high length to width ratio imparts a low beam strength to first solids, making them susceptible to fracture in a direction parallel to their width. First solids are undesirable since they may fragment into smaller particles when subjected to the centrifugal forces of conventional solid-liquid separators. As such, first solids promote collapsing of the recovered solids cake, resulting in a denser cake with diminished washing and deliquoring efficiencies. First solids may include relatively large solids and/or relatively small solids, since a key feature contributing to collapse of a recovered solids cake is the shape (e.g., length to width ratio) of the solids within the cake.

"Second solids" are solids that have a stronger tendency to resist fracture when subjected to the turbulence in chamber 21 due to their relatively low length to width ratio. In an embodiment, the velocity and/or agitation of stream 34 is adjusted to achieve a controlled turbulence such that the first solids fragment, while the second solids remain intact. First solids may be repeatedly fragmented until second solids are produced from the fragments. The formed second solids may further develop in chamber 21, with their maximum overall growth tending to depend upon their width, since they will likely fracture if their length exceeds a certain multiple of their width.

The precise length to width ratio where fracture has a tendency to occur depends upon a number of system factors discussed in the following. The formation of an excessive

amount of first solids at any time in chamber 21 is preferably prevented by the constant maintenance of controlled turbulence within chamber 21, with the turbulence preferably occurring at least at locations proximate to cooling surface 24. In an embodiment, the turbulence within chamber 21 is controlled such that first solids have a length to width ratio of greater than about 5:1 and second solids have a length to width ratio of less than about 5:1. In a more preferred embodiment, the turbulence is controlled such that first solids have a length to width ratio of greater than about 3:1 and second solids have a length to width ratio of less than about 3:1. In a still more preferred embodiment, the turbulence is controlled such that first solids have a length to width ratio of greater than about 2:1, and second solids have a length to width ratio of less than about 2:1.

Increasing the level of controlled turbulence tends to increase heat transfer from stream 34 to cooling surfaces 24a/24b, thereby decreasing the temperature difference between the cooling medium within cooling system 23a/23b and stream 34. The decreased temperature difference lessens the formation of solids on cooling surfaces 24a/24b, decreasing the rate of "fouling" on the cooling surfaces and the frequency with which chamber 21a/21b must be shutdown to melt solids from the cooling surfaces and/or walls of the chamber. "Fouling" is the depositing of material on a heat transfer surface. Such material tends to have a low thermal conductivity and provides a resistance to heat transfer, thereby lowering the efficiency of heat transfer to or from the heat transfer surface. When the level of fouling reaches a predetermined level, system 20 must be shutdown to remove deposits from cooling surfaces 24a/24b. Such shutdowns decrease the annual production of chamber 21a/21b, hence a decrease in the fouling rate on cooling surfaces 24a/24b will increase the production capacity of chamber 21a/21b.

In an embodiment, a system is adapted to determine the pressure differential at various time intervals between points in the solidification zone. Such pressure differentials may be used to estimate the rate of fouling on the cooling surfaces so that the turbulence of stream 34 may be adjusted accordingly. The system may include any number of pressure gauges well known in the art, and, optionally, a programmable computer connected via electronic lines to such gauges.

In an embodiment, a controlled level of turbulence is maintained to inhibit the fouling rate on cooling surface 24a such that chamber 21a is shutdown about once every 60 hours to remove deposits from the cooling surface. Such a shutdown frequency is an improvement over similar conventional solidification chambers that must be shutdown about every 6 hours. In an embodiment steam is passed through coil 171 and coil 176 for about 30 minutes during shutdown of chamber 21a to remove deposits from cooling surface 24a. In an embodiment, the removed deposits preferably remain in chamber 21a and serve to initiate solids formation once chamber 21a is restarted.

In an embodiment, a controlled level of turbulence is maintained to inhibit the fouling rate on cooling surface 24b such that chamber 21b is shutdown about once every 2–20 days to remove deposits from the cooling surface. Different systems may be shutdown once every 3–5 or 6–10 days. In an embodiment, stream 34 is heated to a temperature below about 135° C. in chamber 21b for about 30–45 minutes to remove deposits from cooling surface 24b. The exact temperature to which stream 34 is raised should be determined empirically. The temperature should not be raised too high such that stream 34 circulates around chamber 21b due to

thermal effects. The level of stream 34 within chamber 21b is preferably sufficiently low to prevent overflow of stream 34 through conduit 27 due to expansion of the stream. The level of stream 34 within chamber 21b is preferably sufficiently high to immerse tubes 132 in the stream to prevent the partial melting of the deposits on tubes 132. If this partial melting occurs, phenol may be released from the deposits, leaving a pure bisphenol A deposit on tubes 132. The removal of a pure bisphenol A deposit from tubes 132 would require the temperature of stream 34 to be raised above about 157° C., tending to cause decomposition of the bisphenol A. In an embodiment, the removed deposits preferably remain in chamber 21b and serve to initiate solids formation once chamber 21b is restarted.

15 In an embodiment, the temperature of stream 34 within chamber 21 is gradually reduced to about 60° C. to initiate the formation of solids.

20 In an embodiment, the temperature difference between stream 34 and the cooling medium that contacts cooling surfaces 24a/24b is monitored to determine the fouling on cooling surfaces 24a/24b. The degree of fouling tends to be directly proportional to the increase in the temperature difference between stream 34 and the cooling medium for a selected amount of heat transfer. Thus, the temperature difference between stream 34 and the cooling medium that is required to cool stream 34 to a selected temperature will tend to increase over time as the degree of fouling on cooling surfaces 24a/24b increases. In an embodiment, the controlled level of turbulence is adjusted as a function of the temperature difference between the cooling medium and stream 34.

25 "Primary nucleation" is the formation of solids in a stream that proceeds due to the supersaturation level of a stream. Primary nucleation is preferable because it allows the formation and growth of solids to occur in an orderly manner.

30 At excessive levels of turbulence, "secondary nucleation" and/or "spontaneous nucleation" may be induced and additional sites may become available for initiation of solids formation. "Secondary nucleation" is the formation of solids due to stresses present in a supersaturated stream. Such stresses may include shear stresses, impact stresses, and/or cavitation stresses. Secondary nucleation is undesirable because it promotes the formation of numerous fines, which provides additional sites and surface area for the growth of

35 bisphenol A solids. The result is the development of solids at a greater number of smaller sites, which adversely affects the size distribution of the formed solids. The mean size of the solids will tend to decrease. "Spontaneous nucleation" is more severe than secondary nucleation and is characterized by the formation of an increased amount of fines, with most all of a dissolved solid (bisphenol A) contained in the stream solidifying to form fines. Spontaneous nucleation may be induced (a) by extreme levels of turbulence in a stream, (b) if the temperature of the stream falls too far below its cloud point, (c) or a combination thereof. The turbulence and/or temperature of stream 34 should be controlled to prevent induction of significant secondary nucleation and/or spontaneous nucleation by the turbulence. In an embodiment, the velocity and/or agitation of stream 34 is controlled to attain as great a level of turbulence as possible without inducing significant secondary or spontaneous nucleation.

40 The optimum turbulence needed to achieve selected physical properties of the solids formed in stream 34 may vary among embodiments of the invention. The optimum turbulence depends on various system factors including: (1) the shape of solidification chamber 21, (2) the characteristics of any pumps or agitators used within solidification chamber

11

21, (3) the composition and temperature of stream **34**, (4) the degree of supersaturation of bisphenol A in stream **34**, (5) the viscosity of stream **34**, and (6) the density of the formed solids. In an embodiment, the optimum turbulence is determined empirically in the following manner. With the system at equilibrium, selected physical properties of the solids formed in stream **34** are determined using an analyzer (e.g., analyzer **131**). The physical properties that are determined using the analyzer preferably include the mean length to width ratio of the formed solids and the mean width of the formed solids. The analyzer also is preferably capable of revealing selected physical properties of individual solids, particularly the solids that have the greatest or least values for any of the selected physical properties. The analyzer preferably is adapted to automatically determine selected physical properties characteristics, however other devices adapted to analyze solids may be used as well. In one embodiment, a magnifying means may be used to visually observe the solids to determine physical properties of the solids. Upon determination of the selected physical properties, the turbulence of stream **34** is increased using a pump and/or agitator and/or other means known in the art. Screens, shakers, and/or weights may also be used. After the system has reached equilibrium, samples of the solids are analyzed to determine selected physical properties, and the turbulence in the stream is again increased. Secondary and spontaneous nucleation may be detected by analyzing the physical properties of solids. An increase in the presence of fines as the turbulence level increases is likely an indication of the presence of substantial secondary or spontaneous nucleation. After substantial secondary or spontaneous nucleation is detected, the turbulence of stream **34** is decreased to a level such that substantial secondary nucleation ceases. The turbulence should be repeatedly adjusted as a function of the selected physical properties of stream **34** as determined by the analyzer. Ultimately, a maximum level of turbulence should be achieved such that substantial secondary nucleation does not result from the turbulence. As the velocity of stream **34** is increased, the flow of coolant in cooling system **23a/23b** may have to be increased accordingly. In one embodiment, the optimum turbulence is achieved in a stream having a velocity exceeding 6 feet per second.

In an embodiment, pump **25b** having impeller **26** (shown in FIG. 5) and a variable speed motor **140** is used to pass stream **34** through solidification chamber **21b**. The velocity and/or agitation of stream **34** is preferably controlled by adjusting the speed and/or size of impeller **26**. In an embodiment, the control system is used to vary the speed of impeller **26**. The control system preferably includes analyzer **131**, which may include a screening system to size various solids. Analyzer **131** is used to determine physical properties of the solids formed in solidification chamber **21**. Control system **130a/130b** is adapted to send a signal to the variable speed motor to vary the speed of impeller **26** as a function of the physical properties of the solids. As the speed of impeller **26** increases, the flow rate and velocity of the stream are increased, thereby increasing the level of turbulence in the stream within solidification chamber **21**. Control system **130a/130b** may be used to continuously adjust the turbulence of stream **34** to attain preferred physical properties of the solids formed in the stream.

In an embodiment, pump **25** includes a chamber **190** and a piston **191** with a variable stroke length. The control system may be used to vary the stroke length. Analyzer **131** is used in the manner described above to determine the physical properties of the solids formed in solidification

12

chamber **21**. Control system **130a/130b** is preferably adapted to send a signal to pump **25** to vary the stroke length as a function of the physical properties of the solids. As the stroke length increases, the flow rate and velocity of the stream are increased, thereby increasing the level of turbulence in the stream throughout solidification chamber **21**. Control system **130a/130b** may be used to continuously adjust the turbulence of stream **34** to attain preferred physical properties of solids formed in the stream.

- 10 In an embodiment, agitator **172** is used to create a selected level of turbulence in stream **34**. Agitator **172** preferably includes a blade **173**, but any agitating system well known in the art may be used. Agitator **172** may be the sole means by which the selected level of turbulence is created or it may be used in conjunction with other systems including pumps as described above. In one embodiment, the agitator includes a variable speed motor **174** and control system **130a** that adjusts the speed of a blade **173** on agitator **172** as a function of selected physical properties of solids formed in stream **34**. Such physical properties are preferably determined using analyzer **131** as described above.

A simpler control system may be used if the selected level of turbulence to achieve the preferred physical properties of solids is known. Any of a number of flow meters well known in the art may be used to determine the flowrate of the system. The velocity of stream **34** determined from the flowrate is compared to a selected velocity determined from the known selected turbulence. A manual or automatic control system **130** is used to adjust the turbulence of stream **34** by modifying the pumping and/or agitation rate to minimize the difference between the actual velocity of stream **34** and the selected velocity of stream **34**.

In an embodiment, flow monitoring system **39** is used to determine the velocity or flowrate of stream **34** as it circulates through chamber **21**. The velocity or flowrate may be used to estimate the turbulence level of stream **34**, and the pumping rate of pump **25** may be adjusted to achieve optimum turbulence. In an embodiment, a flow monitoring system relays signals to control system **130a/130b**, which sends a signal to variable speed motor **140** and/or agitator **172a/172b** such that the velocity and/or agitation rate is adjusted to achieve a selected level of turbulent flow. In an embodiment, orifice plate **38** is used in conjunction with flow monitoring system **39**.

Control system **130** may transmit signals that are digital or analog, and the signals may be converted from analog to digital or from digital to analog at multiple points in a control scheme. Feedback control may be employed in which the turbulence of stream **34** is adjusted as a function of system properties including: (1) the physical properties of the stream and/or the solids, (2) the fouling rate on cooling surface **24**, (3) the determined level of secondary or spontaneous nucleation, and/or (4) a combination thereof. Feed-forward control may be employed in which the turbulence of the stream is adjusted using a model that anticipates the physical properties of solids, fouling rate, or onset of substantial secondary or spontaneous nucleation. Such model would be determined empirically from the particular system that it predicts. A controller employing proportional control, differential control, integral control, or any combination thereof may be used in control system **130**.

Referring to FIG. 1, water and acetone removal and recovery preferably begins in drying tower **60** downstream of first solidification system **20**. Drying tower **60** is located downstream of system **20** so that the viscosity of effluent **12** is not increased before it enters chamber **21**. The velocity

13

that stream 34 must reach to achieve the selected level of turbulent flow tends to decrease as the viscosity of stream 34 decreases. The required pumping power tends to decrease both as the fluid viscosity decreases and as the necessary fluid velocity decreases. Thus, employing drying tower 60 downstream of system 20 facilitates the creation of the selected level of turbulence in chamber 21, and generally reduces the required pumping power to achieve that turbulence.

Some practitioners allow acetone and water to remain in effluent 12 and/or add water to effluent 12 prior to its introduction into a solidification unit. Such techniques are directed toward promoting crystal formation, however they fail to favorably alter the shape of the solids as in embodiments of the present invention. The mere addition of water will promote the formation of larger solids with an unchanged mean length to width ratio. Thus, the tendency of the solids to fragment when subjected to the centrifugal forces of solid-liquid separators will not be significantly lessened.

In an embodiment of the invention, however, the water content of effluent 12 is maintained to facilitate the creation of a selected turbulence level to alter the shape of formed solids.

Pump 25 is preferably located outside of the solidification zone. Generally, about 90% of any secondary nucleation that occurs typically will occur at the pump, however, no secondary nucleation can occur without supersaturation of stream 34. Therefore, locating the pump outside of the solidification zone may prevent a substantial amount of secondary nucleation from occurring. The solidification zone preferably extends from point 35 (immediately after stream 34 enters cooling system 23) to point 22.

In one embodiment of the invention, solidification chamber 21b includes a conduit loop having a portion of the conduit proximate to impeller 26 characterized by a reduced diameter relative to the remainder of the conduit diameter. A solidification chamber that has a venturi tube may be used to connect a conduit portion containing an impeller to a conduit portion of a much greater diameter. Enlarging the diameter of chamber 21b may increase the residence time of stream 34 in chamber 21.

In another embodiment of the present invention, the diameter of chamber 21b is substantially constant throughout the length of the chamber 21b, and the diameter is only slightly larger than the impeller diameter. It is anticipated that crystal growth will occur relatively rapidly upon the entrance of stream 34 into cooling system 23, and so increasing the diameter of chamber 21b is not preferable. The ease in which turbulence is achieved tends to increase as the diameter of the solidification chamber decreases.

In an embodiment, solidification chamber 21b includes slurry overflow 27. Stream 34 is preferably circulated through chamber 21b, with the rate of the feed entering the chamber through feed conduit 28 controlling the rate that stream 34 exits through slurry overflow 27. Slurry overflow 27 is preferably a conduit having an underside 30 of its top that is at an elevation slightly below the top 29 of the solidification chamber 21b. The fluid level in overflow 27 typically remains about equal to the fluid level in the solidification chamber. When the fluid level of the solidification chamber exceeds the bottom of the slurry overflow conduit 27, an amount of fluid will flow down the slurry overflow, exiting first solidification system 20 to enter first recovery system 40. In an embodiment, the elevation of the underside 30 of the top of slurry overflow 27 is between about 3 inches and about 12 inches below the elevation of top 29.

14

In an embodiment, first solidification system 20 includes a fines destruction or reduction system (see item 31). Fines system 31 directs a portion 36 of stream 34 through heating system 32 to heat portion 36 to a temperature slightly above the cloud point of stream 34. Heating system 32 is preferably a shell and tube heat exchanger, although any of a number of heating devices may be used. Steam is preferably used to heat portion 36, but numerous other heating media may be employed. The residence time of exchanger 32 and/or the temperature of the heating medium within exchanger 32 are preferably adjusted such that any fines that are present are melted completely, while larger solids are only slightly melted. Melting tends to initiate at the ends of the larger solids, in a manner such that the length to width ratio of the solids is decreased. In addition, first solids that are also fines tend to more strongly resist fracture than larger first solids having the same length to width ratio. Thus melting the fines tends to reduce the presence of fines. The fines tend to include a higher percentage of first solids than the larger solids formed in chamber 21a/21b. Therefore reducing fines tends to improve the mean length to width ratio of the formed solids. Thus, fines system 31 improves the physical properties of the solids by favorably modifying the shape of the larger solids in addition to reducing fines. Melting the fines also provides additional bisphenol A for the continued growth of the solids remaining in stream 34. In an embodiment, fines system 31 preferably draws portion 36 from chamber 21b near point 22, and effluent 33 is redirected into chamber 21b through feed conduit 28.

The above-mentioned embodiments may be used in combination with one another. For instance, in an embodiment, solidification system 20 includes: (a) a conduit loop and slurry overflow 27, (b) cooling system 23b including a shell and tube heat exchanger to remove heat from stream 34 to initiate solidification, (c) pump 25b with impeller 26 to circulate the stream around the conduit loop, and (d) fines system 31, each as described above. In another embodiment, solidification system 20 includes: (a) vessel 175, (b) coil 171 to remove heat from stream 34 to initiate solidification, (c) agitator 172 with blade 173 to circulate the stream over coil 171, and (d) fines system 31, each as described above. In another embodiment, solidification system includes (a) a conduit loop and slurry overflow 27, (b) cooling system 23 to remove heat from stream 34 to initiate solidification, (c) pump 25b with impeller 26 to circulate the stream around the conduit loop and create and control the level of turbulence in stream 34, (d) agitator 172 to create and control additional turbulence within stream 34 and (e) fines system 31, each as described above. First solidification system 20a (FIG. 2) is generally preferred over first solidification system 20b (FIG. 3). Numerous other combinations of embodiments described previously and below will become apparent to those skilled in the art.

The use of fines system 31 tends to reduce the presence of fines but also increases the duty of cooling system 23. Controlled turbulent flow serves to reduce the presence of fines. In an embodiment, the presence of solids having a width of less than 60 microns is substantially eliminated by the selection of a suitable turbulence level in stream 34 rather than the use of fines system 31.

Referring to FIG. 1, first recovery system 40 includes at least one solid-liquid separator 41 to recover an "adduct solid" of bisphenol A with phenol. In the context of this invention the word "adduct" means a physical association of two or more molecules. Such an association can be, for example, when a molecule of one component is either wholly or partly locked within the crystal lattice of the other.

15

An "adduct solid" including bisphenol A and phenol means a solid in which bisphenol A and phenol are both physically associated within a solid.

First recovery system **40** may include a centrifugal filter system, a rotary vacuum filter system, or a pressure filter system. The filter systems may be batch, continuous, or a combination thereof. In an embodiment, a combination of rotary vacuum and pressure filter systems is used for enhanced wash efficiency, followed by a centrifugal filter system for deliquoring.

The adduct solid preferably contains bisphenol A and about 29–31 (e.g., 29.2) weight percent phenol, and more preferably bisphenol A and phenol in equimolar amounts. The adduct solid may contain more moles of phenol than bisphenol A due to any phenol residue remaining on the surface of the recovered adduct solid.

In an alternate embodiment, first recovery system **40** may include batch or continuous centrifugal filters, or rotary pressure or vacuum filters, any of the above being used singularly or in combination. Batch or centrifugal filters may be horizontal or vertical. Continuous centrifugal filters may be "pushers", etc. Rotary pressure or vacuum filters may be offered by Krauss-Maffei or Bird Machine Co. Preferably first recovery system **40** will include a wash system to wash crystals with phenol.

As shown in FIG. 1C (b), a vertical centrifugal filter **300** may include a perforated basket **301** upon which the crystals in line **305** (i.e., from the crystallizer) are filtered from the mother liquor. Wash and mother liquor exit filter **300** via line **46(b)**, which is fed to column **60**.

First recovery system **40** alternatively includes at least one screen bowl centrifuge **41** (see FIG. 1C (a)). Screen bowl centrifuge **41** preferably contains flights **180** that are adapted to direct adduct solids up beach section **44** and into screen section **45**. Liquid may be directed toward the end of centrifuge **41** opposite screen section **45**, upon which it may be directed to drying tower **60** through conduit **46**. Wash system **42** may be employed to wash the solids recovered in screen bowl centrifuge **41**. The wash preferably occurs in screen section **45** of centrifuge **41** with clean phenol serving as the wash fluid.

The recovered adduct solids are preferably crystals with a mean crystal width exceeding about 180 microns, and a mean length to width ratio below about 5:1. The recovered cake of the crystals preferably has a free liquor content of less than 6%. The crystals may in some embodiments have a rhombic shape.

In an embodiment, the recovered adduct is directed through conduit **43** from the solid-liquid separator **41** to mixing system **50**, where water is mixed with the adduct solid to form an adduct solution with a melting point less than 150° C. The melting point of the adduct solution is preferably between about 60° C. and 120° C., and more preferably between 60° C. and 80° C. The mixing system preferably includes vessel **51** and agitator **52**. In an embodiment, the mixing system also includes a heating system adapted to heat water to a temperature of about 150° C. or less. Water is preferably directed into vessel **51** from water system **59** through conduit **53** preferably at a temperature below about 150° C., more preferably between about 60° C. and 150° C., and more preferably still between about 60° C. and about 90° C. The residence time of the materials within vessel **51** may preferably be less than 5 minutes, and more preferably less than 1 minute. The adduct solution is preferably mixed and continuously directed to column **70** through conduit **54**.

16

Control system **150** may be used to regulate the rate at which the adduct solution or melt is directed to column **70**. In each of the following embodiments, control system **150** is adapted to send and receive signals from flow elements **151**, **152**, and **153**, water system **59**, pump **55**, and heating system **57**.

Flow elements **151**, **152**, **153** are each adapted to sense conditions of a stream including temperature, pressure, and/or flow rate. Element **151** includes a flow control valve to adjust the amount of water added to vessel **51**. Element **153** includes a flow control valve to adjust the rate of adduct solution leaving vessel **51**. In an embodiment, elements **151** and **153** each relay a signal to system **150** indicating the rate of flow through the given element. System **150** determines the rate of adduct solid directed into vessel **51** from the relayed signals and controls the flow control valve of element **151** to direct a specified amount of water to vessel **51**.

In an embodiment, element **152** relays a signal to system **150** indicating the flow properties (e.g., flowrate, temperature, pressure, composition) of the effluent of system **20** that enters centrifuge **41**. System **150** determines a selected amount of water to be directed into vessel **51** from the relayed signal and controls the flow control valve of element **151** to direct a specified amount of water to vessel **51**.

In another embodiment, system **150** regulates the temperature of the water added through conduit **53** by sending signals to a heating system comprised in water system **59**. The heating system of water system **59** adjusts the temperature of the water to a selected temperature below about 150° C., and more preferably between about 60° C. and about 90° C. The signal sent from system **150** to the heating system within system **59** is determined by signals received by system **150** from any of elements **151**, **152**, or **153**.

In another embodiment, system **150** controls the pumping rate of pump **55** as a function of the signals received from the above-mentioned elements.

Numerous additional control schemes employing the above-mentioned elements and control system may be used.

According to an embodiment, the adduct solution is treated in an ion-exchange (e.g., anionic) system **58**. System **58** tends to reduce and/or eliminate the presence of species such as trace acids and chlorides in the adduct solution that catalyze the decomposition of bisphenol A. In an embodiment, the adduct solution is at a temperature of between about 60° C. and about 65° C. as it is passed through anionic exchange system **58** to remove acidic species and chlorides. An anionic exchange resin suited for such a purpose will lose its stability above about 65° C.

Solids that enter anion exchange system **58** will tend to plug the system. The addition of water to the adduct solid or adduct solution lowers the melt point of the resulting adduct solution allowing it to pass through system **58** substantially as a melt at a temperature of less than about 65° C. Anionic exchange system **58** is preferably located upstream of column **70**.

In an embodiment, injection system **69** (shown in FIG. 4) is used to add heated water and/or pressurizing steam to the adduct solution prior to its entrance into column **70**, thereby preferably increasing the temperature of the adduct solution to above the temperature at which the adduct solution would flash under the pressure of column **70**. The steam preferably

is at a temperature between about 135° C. and about 145° C. It may be necessary to add the steam at a temperature above 160° C. Steam at higher temperatures (e.g. above about 150° C.) can be added to the adduct solution without significant decomposition of bisphenol A if the number of moles of phenol is at least equal to the number of moles of bisphenol A in the adduct solution. If the number of moles of bisphenol A present is greater than the number of moles of phenol present, steam at higher temperatures (e.g. above about 150° C.) can be added to the adduct solution without significant decomposition of bisphenol A if mixing allows the temperature of the pressurized adduct solution to rapidly reach a temperature below about 150° C. The pressurizing steam increases the temperature of the adduct solution and/or provides sufficient pressure to allow entrance of the adduct solution into column 70.

In an embodiment, pump 55 pressurizes the adduct solution and an eductor mixer is used to direct steam from system 69 into the pressurized adduct solution. In another embodiment, the steam is saturated steam at a pressure of between about 50 psia and about 155 psia.

In an embodiment, heat exchanger 56 is used to raise the temperature of the adduct solution to about 135° C. prior to its entrance into column 70. System 69 need not be employed in combination with exchanger 56 if it is preferred to reduce the amount of water entering column 70. Pump 55 may be used to pressurize the adduct solution prior to its entrance into column 70.

In an embodiment, vessel 51 contains adduct heating system 57 to melt the adduct solids without the addition of water. Adduct heating system 57 may include external coils or other heating devices. Adduct heating system 57 is adapted to heat the adduct solids to a temperature of below 150° C., and the solids are preferably heated to about 135° C. The resulting adduct melt is directed through conduit 54 to column 70, and steam system 69 is preferably used to inject a selected amount of heated water or pressuring steam into the adduct melt prior to its entrance into column 70. In this embodiment, the total quantity of water introduced into column 70 is decreased, thereby reducing the amount of process water that must be treated. Reducing the quantity of water introduced into column 70 with the adduct solution may increase the energy that must be added to column 70 for the required removal of phenol. In an embodiment, adduct heating system 57 is used in conjunction with the method of adding of water through conduit 53 to form an adduct solution.

Referring to FIG. 4, the pressurized adduct solution is preferably at a temperature of about 135° C. as it is fed into column 70 through control valve 71. Column 70 includes overhead outlet 72 near the top of the column, bottoms outlet 73 near the bottom of the column, and feed inlet 74 between the overhead and bottoms outlets. The adduct solution preferably contains a suitable amount of water to allow the removal of phenol via steam stripping at a temperature well below 150° C. in a column having a pressure of at least atmospheric pressure. Some practitioners use vacuum systems to reduce the pressure within a column to below atmospheric pressure, thereby lowering the required column temperature. The use of a vacuum system, however, does not allow the column temperature to be reduced below 157° C. since bisphenol A would tend to freeze in the column. In contrast, column 70 is preferably operated at a pressure of at least atmospheric pressure to prevent seepage of air into the process stream. It is preferred to minimize the amount of oxygen in the system to minimize the formation of color bodies. In a preferred embodiment, column 70 is operated at

the pressure which causes the adduct solution entering column 70 to begin boiling at about 110° C.

At least a portion of the adduct solution preferably flashes due to the pressure drop experienced across control valve 71. In one embodiment, first distributor 75 is employed to feed the adduct solution to column 70 in a direction upward and parallel to the wall of the column to prevent the adduct solution from contacting the column wall and forming solids on the column wall. In another embodiment, the column wall is heated using heating system 89 to prevent at least some of any adduct solution that contacts the column wall from forming solids on the wall. The heating system may include coil 90 or various other heating devices. Coil 90 may be adapted to contain steam or other heating media. Coil 90 may be placed along any segment of the column wall. The wall is preferably heated to a temperature of between about 110° C. and 150° C., and more preferably between about 130° C. and about 135° C. First distributor 75 and heating system 89 may be used in conjunction with each other. In an embodiment, heating system 89 includes coil 90 along part or all of the length of column 70, and steam is passed through the coil to heat the column wall.

In an embodiment, second distributor 76 is employed to distribute fluid toward the bottom of column 70. The lower portion 78 of column 70 preferably contains trays, rings, or packing 77, and heated water injection system 79 may be used to inject heated water into column 70 through an injection port near the bottom of the column. In an embodiment, the heated water is in the form of superheated steam. The injection of heated water or steam near the bottom of column 70 may facilitate the removal of phenol remaining in the liquid phase. In an embodiment, control system 91 may be used to monitor the temperature or phenol content of bottoms stream 81 and regulate the addition of heated water or steam into column 70 via system 79 as a function of the temperature or phenol content. The bottom of column 70 is preferably at a temperature of between 100° C. and 115° C., and is more preferably at a temperature of 110° C. Some solids may be allowed to travel through trays, rings, or packing 77 within lower portion 78 of column 70, however in an embodiment, distribution tray 88 is employed to inhibit solids from entering the lower portion 78 of the column. Distribution tray 88 preferably prevents a sufficient amount of solids from entering lower portion 78 to prevent significant plugging within packing 77. In one embodiment, packing 77 may extend from lower portion 78 up to distribution tray 88.

Bottoms stream 81 is drawn from at or near the bottom of column 70 and preferably includes less than about 1 weight percent phenol, and more preferably includes less than about 0.5 weight percent phenol. Bottoms stream 81 preferably includes about 80–85 weight percent bisphenol A and about 15–20 weight percent water. If the water content in the stream rises above about 15 weight percent, two liquid phases will tend to form: an organic phase including about 80–85 weight percent bisphenol A and about 15–20 weight percent water, and an aqueous phase including water and a small amount of soluble bisphenol A. Bottoms stream 81 preferably includes slightly above 15 weight percent water such that an emulsion is formed and excess water is present to dissolve solids. A first portion 82 of bottoms stream 81 is preferably recycled back into column 70, preferably at a point above tray 88 and below first distributor 75 to prevent the absorption of vapor that contains phenol into stream 81. The recycled bottoms portion 82 is preferably directed toward tray 88 through second distributor 76. The recycled bottoms portion serves to wash and dissolve at least a

portion of any bisphenol A solids formed in column 70. In an embodiment, water or steam is added to recycled bottoms portion 82 through conduit 83 to enhance the dissolution of the solids, although the addition of such water is not anticipated to be necessary. Column overhead stream 84 includes phenol and water, and is directed to drying tower 60.

Control system 160 is adapted to send and receive signals from flow elements 161, 162, 163, 164, and 165. Each of these flow elements is adapted to sense conditions of a stream including temperature, pressure and/or flowrate. Control system 160 is adapted to sense column conditions including pressure and temperatures at a plurality of sites along the length of the column including at tray 88 and at a feed tray in the column. Some or all of the above-mentioned flow elements preferably contains a flow control valve. In an embodiment, an overhead stream flows from at or near the top of the column into a partial condenser, and a portion of the overhead stream is recycled back into the column to maintain a selected pressure within the column. The amount of the portion recycled is preferably regulated by system 160. In an embodiment, control system 160 regulates the rate of water added to bottoms recycle stream 82 through element 161 as a function of the flow rate of bottoms recycle stream 82 through element 162. In another embodiment, a sample of bottoms stream 81 to determine its composition is taken at element 163, and controller 160 regulates the amount of bottoms stream 81 that is directed through element 162 and the amount of water (if any) that is directed through element 161. Numerous other control schemes employing the above-mentioned elements may be used.

Drying tower 60 is adapted to separate acetone and water from bisphenol, impurities, and phenol. Overhead stream 61 includes acetone and water and is directed to a system for acetone recovery. Bottoms stream 62 contains phenol, bisphenol and impurities, and is directed to a system to recover clean phenol to be used as a phenol wash in wash system 42.

A second portion 85 of column bottoms stream 81 is preferably directed to second solidification system 100. In an embodiment, water is added to second portion 85 via conduit 86 to form feed stream 87 including about 45–55 weight percent water, about 45–55 weight percent bisphenol A, and less than about 1 weight percent phenol. Feed stream 87 includes an organic phase and an aqueous phase and may contain an overall water content up to about 75 weight percent. The organic phase includes about 80–85 weight percent bisphenol A and about 15–20 weight percent water, and the aqueous phase includes water and a small quantity of soluble bisphenol A. In an embodiment, second solidification system 100 includes a crystallizer 103 that contains agitator 104. In an alternate embodiment, second solidification system 100 includes a Svenson draft-tube baffled crystallizer, or a sufficiently agitated vessel. FIG. 1B (a) depicts a forced circulation crystallizer 103(a). FIG. 1B (b) depicts a draft-tube crystallizer 103(b). FIG. 1B (c) depicts a Svenson draft-tube baffled crystallizer 103(c).

In an embodiment, crystallizer 103 is operated at a pressure below atmospheric pressure such that the boiling point of water is maintained at a temperature ranging from about 80° C. to 120° C., and more preferably from about 94° C. to about 98° C. It may be appreciated that, in general, as temperature increases, then purity increases but yield declines. As such, temperature ranges such as 90°–92° C., 92°–94° C., 94°–96° C., and/or 96°–98° C. may be employed. The absolute pressure is preferably maintained at about 500–700 torr, and more preferably at about 600 torr.

The vacuum may be achieved by vacuum system 101, which may include jet ejectors or a vacuum pump. Second solidification system 100 may contain cooler 102 to condense a portion of the vapor entering cooler 102 via line 201 (and returning to crystallizer 103 via line 202) that is boiled in crystallizer 103. Solids may be deposited on the walls of crystallizer 103 due to the boiling of the fluid within crystallizer 103. In an embodiment, water is added to system 103 from water system 105 to minimize the evaporative cooling required, thereby inhibiting excessive deposits from forming on the crystallizer wall. In an embodiment, water system 105 includes a water dispersing system (e.g., sprinkler, sprayer, distributor) to introduce water into system 103 (e.g., drop water onto surface). It is believed that dispersing water in this manner enhances the formation and/or development of solids (e.g., crystals) in system 103.

In an embodiment, second portion 85 is directed to second solidification system 100 without the addition of water through conduit 86. Water system 105 is preferably used to add water at a select temperature directly to crystallizer 103 to maintain the temperature within crystallizer 103 between about 80° C. and 120° C., and more preferably between about 90° C. and 100° C. and to maintain an overall composition within crystallizer 103 that includes about 45–55 weight percent water and about 45–55 weight percent bisphenol A. Water is heated or cooled to a selected temperature using exchanger 107. This embodiment does not require the use of vacuum system 101 or cooler 102, since the temperature of crystallizer 103 is maintained through the addition of water at a selected temperature. Thus the entry of air into the process as a result of a vacuum system is avoided. In an embodiment, vacuum system 101 and cooler 102 are used in conjunction with the addition of water from water system 105 at a selected temperature.

In an embodiment, effluent 106 from second solidification system 100 is directed to second recovery system 110 where the high purity bisphenol A product is recovered. In an embodiment, the second recovery system contains at least one pusher centrifuge 111 and a wash system 112 for washing solids recovered in centrifuge 111. Pusher centrifuge 111 preferably contains more than one stage and is adapted to accept wash fluid from wash system 112 at a plurality of sites. The recovered solids are preferably washed with water. Dryer 113 accepts recovered solids through conduit 122 and further reduces the water content of the solids. Dryer 113 may be a fluid bed dryer 113B or a contact dryer 113A (see items I and II in FIG. 1A). Fluid bed dryer 113B may be vibrating and may include a perforated, conveying tray 115D. Various other dryers such as rotating tray, batch, or inclined dryers may be used. Nitrogen gas is preferably added to contact dryer 113 to reduce the partial pressure of water and facilitate its removal from the recovered solids, while steam preferably serves as the heating agent and is added to dryer 113A using steam system 114. The water content of the recovered solids is preferably reduced to below 1500 ppm. Additional drying systems may be used downstream of dryer 113 to further reduce the water content of the recovered solids. If fluid bed dryer 113B is used, then a heating fluid such as hot nitrogen may be introduced via line 114B into distribution plenum 115B. Moist heating fluid may exit dryer 113B via conduit 115C.

The bisphenol A product is collected in hopper 120. The recovered bisphenol A product includes at least about 99 weight percent bisphenol A, more preferably at least about 99.7 weight percent bisphenol A, and more preferably still at least about 99.9 weight percent bisphenol A. In a preferred embodiment, bisphenol A in the product has only been

21

exposed to a temperature in excess of 150° C. while phenol was in molar excess of bisphenol A. In a more preferred embodiment, the greatest process temperature to which the bisphenol A in the product has been exposed is less than 150° C.

Plant Experiments

Experiments were conducted in a BPA plant south of Bombay, India ("the Indian plant" or "the Indian process"). As operated in 1994–95, the Indian process included a reaction zone utilizing cation exchange resin followed by a crystallization zone that formed adduct crystals. The adduct crystals included a one-to-one molar ratio of phenol and BPA. The adduct crystals were recovered from the mother liquor, redissolved in clean phenol and re-crystallized in a second, identical crystallization zone. The re-crystallized adduct crystals were again recovered and melted, and the phenol was removed by vaporization and steam stripping after which the final product BPA was solidified on a drum flaker. The primary and secondary mother liquors were both recycled to the reaction zone after being treated and/or used in various associated functions of the process. Water of reaction was purged from the system after removal of small quantities of contaminating phenol. Raw material was recovered from a purge stream of concentrated heavy impurities and residual BPA by treatment in a catalytic cracking system. After such treatment polymers and uncleavable heavy impurities were purged from the system. Fresh acetone and phenol were added to the system to compensate for the quantities of such materials that were consumed in the formation of BPA and/or lost as waste.

In the Indian process acetone and phenol are reacted in two sequential reactors. The reactor effluent flows directly to the primary crystallizer system after which the adduct crystals are separated from the mother liquor and are re-dissolved in cleaner phenol for recrystallization in the secondary crystallizer system. The adduct crystals from the secondary system are separated from the cleaner secondary mother liquor and are then melted. The majority of the phenol in the adduct crystal melt is vaporized from the higher boiling BPA in a wiped film evaporator leaving a BPA melt containing about 1–2% residual phenol. This residual phenol is removed in a packed tower by stripping with superheated steam. The BPA melt is solidified on a drum flaker and immediately bagged and stored in a warehouse.

The mother liquor from the primary system contains water, acetone, impurities and residual BPA. This mother liquor is passed through preheaters into a flash chamber where the water, acetone and a portion of the phenol is flashed to a vapor. This vapor is fed to a distillation column for separating the water and acetone from the lower vapor pressure phenol. The bottoms stream from the flash chamber includes a concentration of impurities and residual BPA in a phenol carrier. From this stream, a small purge is taken to a catalytic decomposition zone where the phenol is distilled overhead and the BPA and impurities are cleaved at high temperature to form phenol and isopropenyl phenol. Phenol is recovered as raw material and recycled to the reaction zone. Uncleavable "heavies" and polymers are purged from the system as "tars." The balance of the flash pot bottoms stream is recycled to the reaction zone.

The phenol in the flash pot vapor is condensed in the drying column and a portion is eventually used as the "cleaner phenol" to redissolve the adduct crystals from the primary crystallization system, and to generate the solution feed to the secondary crystallization zone. The balance of the phenol is recycled to the reaction zone. The acetone, water and a small amount of phenol vapor are fed directly

22

into a second distillation column where the acetone is recovered as distillate, and the water and a small amount of phenol are removed from the column bottoms. The phenol is absorbed from the water in alternating beds of absorbent resin beads. The water is sent to a bio-treatment pond and discharged to a public waterway. The absorbed phenol is removed from the absorber beds by washing with a portion of the recovered acetone. These acetone and phenol streams are sent back to the drying tower to separate the acetone and water. The balance of the acetone that was not used to wash the absorber beds is recycled to the reactors with additional acetone to replace the acetone used in the formation of the BPA.

The mother liquor from the secondary crystallization zone is used to wash the crystals from the primary crystallization zone. This mother liquor is combined with the primary mother liquor feed to the flash chamber.

Make-up phenol to replace the phenol consumed in the formation of the BPA is mixed with the phenol distillate from the adduct crystal melt processed through the wiped film evaporator. This mixture is used to wash the adduct crystals from the secondary crystallization zone.

The water and phenol from the stream stripping tower is condensed and fed to the drying tower.

The Indian process uses 160 cubic meters, as received volume, of unpromoted cation exchange resin catalyst to produce 5000 metric tons/yr of BPA. The Indian plant reactors are operated in series in an upflow mode at a design feed rate of about 5 metric tons/hour with circulation through an external cooler at a circulation rate to feed rate ratio of about 5:1, thus limiting temperature rise to about 1–2 degrees centigrade. The temperature rises from about 70 to about 71–72 degrees Celsius.

The reactor feed in the Indian process contains 13–15% BPA (design is 10%) and 18–20% total impurities (design is about 17%). The reactor effluent contains about 28–29% BPA (design is about 25%) and about 18–20% total impurities (design is about 17%).

The Indian plant reactor feed and effluent streams are wet at 0.8–1.0% and about 1.9 to 2.0 water, respectively.

In the Indian process the total acetone sent to the reactor zone based on net reactor feed is around 5.5–6 percent. This acetone is split with about $\frac{1}{3}$ being fed to the first reactor and about $\frac{2}{3}$ being fed to the second reactor (the design is almost exactly the opposite). There is an increase of about 14 to 15% BPA across the reactors which consumes about 59–65% of the acetone fed, leaving about 2–2.5% acetone in the reactor effluent.

The reactor effluent in the Indian process is sent directly to the primary crystallization zone. The primary crystallization zone of the Indian process includes three sequential stirred, dished-head pressure vessels, each of which contains an internal cooling coil and an external "limpit" or half-pipe jacket (i.e., a jacket having a cross-sectional shape corresponding to at least part of a semi-circle). FIG. 2 is representative of these vessels. Each vessel contains two sets of agitator blades on a single shaft, one about midway down the shaft and the other slightly above the bottom of the vessel. The agitator blades are all flat, sharp edged plates set at an angle of 45 degrees.

There is no cooling of the reactor effluent prior to the first crystallization vessel. In the first crystallizer the process is cooled from about 70–71 degrees C. to about 55 degrees C., in the second crystallizer the process is cooled to about 45 degrees C. and the third reduces the process temperature to about 40 degrees C. Due to line plugging problems caused by poor temperature control (poor tracing installation and

23

poor maintenance), the process is reheated to a temperature of about 50–52 degrees to avoid the effects of cold spots on the feed line to the solids/liquid separation unit.

In addition to the details listed above, the primary crystallization zone of the Indian system includes two standard high speed centrifugal pumps and three recycle streams that insure that the entire crystal slurry will be repeatedly subjected to the turbulence of the sharp edged agitators and the stresses within each of the centrifugal pumps, and to insure that the initial crystallizer vessel is continuously flooded with crystals from the last crystallizer vessel.

The above description of the primary crystallization zone is applicable to the secondary crystallization zone. Therefore the entire system contains six serially arranged crystallizers with sharp edged flat plate agitators, four centrifugal pumps, and six recycle streams all of which seem contrary to accepted good practice for promotion of good crystal growth. Additionally, the stream levels and temperatures of all of the units fluctuated frequently.

As would be expected with such a system, the adduct crystal size distribution was extremely small with minor axes ranging from about 6 microns to about 30 microns and a mean minor axis (width) on a cumulative volume basis of about 18 microns. See curve A on FIG. 7. The x-axis of FIG. 7 depicts crystal width (in microns) and the y-axis depicts the cumulative volume for a given sample, in cubic microns. Cumulative volume was calculated by the equation: Cumulative Volume=width×width×length. Since the density of all of the crystals in a given sample is approximately equal, the mean width calculated on a cumulative volume basis would be equal to the mean width calculated on a cumulative weight basis. The curves on FIG. 7 were drawn by hand, with the data points being collected from the Indian plant.

In the Indian system the adduct crystals from the primary crystallization zone are recovered in a centrifugal filter followed by redissolving in phenol. This solution is then passed to the secondary crystallization zone, which is identical to the primary crystallization zone, where the product is recrystallized as phenol/bisphenol adduct crystals. These crystals are recovered and washed in a second centrifugal filter and the crystals are passed on to a melt vessel where they are melted at about 135–140 degrees C. The melt is pumped to a wiped film evaporator where the majority of the phenol is removed at about 180 degrees C. and around 30 to 50 mm Hg. absolute pressure. The product from this unit contains 1 to 2% phenol which is removed in a subsequent tower by stripping with superheated steam.

Thermal and/or catalytic cracking (decomposition) of the BPA and impurities begins in the wiped film evaporator and continues throughout the following system until solidification.

The final product melt is solidified on a drum flaker from which the flake goes directly to a bagging hopper and is bagged as the flake is generated.

The flaked product has an assay of about 99.7 to 99.8% BPA with about 0.2 to 0.3% total impurities. The ortho para isomer of BPA is low in this product. Phenol and reaction products of decomposition seem to constitute the majority of the impurities and, in December, 1994, product color of 40–50 APHA was the overriding problem. "APHA" refers to a color scale promulgated by the American Public Health Association for water. APHA color measurements were made using a Klett-Summerset calorimeter, using filter no. 42.

The Indian product had been judged to be unacceptable as a raw material for production of polycarbonate resins by General Electric Plastics, a major global producer of polycarbonate resins, even when the product color was 15 APHA.

24

The particles from the Indian plant had sizes and shapes ("habits") that were considered particularly poor. Prior technical experts took the position that Indian's centrifugal transfer pumps were grinding the crystals to small particles. These experts suggested replacing the centrifugal pumps with some type of gentle pump designed for slurries (e.g., a diaphragm pump). Other suspected causes of crystal grinding included the sharp edge flat plate agitators, and the control valves controlling the flow of slurry. The Indian design appeared to be particularly poorly suited for controlled crystal growth.

Pursuant to conventional wisdom, certain improvements were attempted. Diaphragm pumps were installed in the Indian plant, and a frequency converter was installed to reduce agitator speeds. In addition, attempts were made to modulate the swinging levels and temperatures somewhat, and to stop or reduce the recycle flows.

Crystal samples were taken after the above improvements were made and the system had reached steady state. These samples indicated essentially no change in crystal size distribution. Worse still, fouling of the cooling surfaces had increased significantly due to the reduced agitator speeds. The operational interval between "remelts" decreased dramatically and production began to decrease. Clearly the "conventional wisdom" did not work for the Indian plant.

At this point the frequency converter was used to increase the agitator speed above original design. The operating time between remelts increased, indicating a significant increase in heat transfer. Within a day the centrifuge performance had improved and production was increased by around 20% from about 13–14 metric tons per day to 16–17 metric tons per day. The original design capacity for the Indian plant was 15 metric tons per day.

Adduct crystals were again sampled from selected points within the crystallizer trains. Analysis indicated that the crystal size had increased significantly, appearing visually to be at least 3–5 times the size of the crystals from the original sample in which the crystal widths had ranged from 6 to 30 microns.

After some time the agitator speeds were increased again to almost the maximum allowed by the motor power. Again heat transfer increased as evidenced by another increase in operating time between necessary remelts, followed by another improvement in centrifuge operation. Production increased to 19–20 tons per day for a total increase of 40–45% above the starting point and 27–33% above design.

At this point adduct crystals were sampled from all of the 6 crystallizers and the two surge pots that receive the effluent from each crystallizer train, and from which the centrifuges are fed. The samples showed a nearly complete absence of any particles that could be considered as 'fines'. There were no particles with widths or minor axis under 60 microns from any of the units sampled and the cumulative weight of particles with minor axis under 80 microns totaled less than 1%. The mean width of the smallest sampling was 190 microns on a cumulative weight basis, and the mean width of the largest sampling was 300 microns. The mean widths of the other six samplings fell between those two with an average mean width of between 220 and 240 microns.

The most surprising data was the major axis-to-minor axis ratio (i.e., the length to width ratio). The average of the ratios for all samples was 1.8 to 2.0 indicating a drastic altering of the crystal shape to shorter, more robust crystals.

Samples of the crystal cake from the centrifuge receiving the slurry from the primary crystallizer train showed total phenol analysis of 29 to 30% down from 35 to 40% in the earlier samples (absolutely dry crystals should be 29.2%

25

phenol). Samples of crystal cake from the centrifuge receiving the slurry from the secondary crystallizer train showed somewhat higher phenol content of 30 to 33%. This higher content was surprising in that the viscosity of the primary mother liquor should have been significantly higher than the viscosity of the secondary mother liquor because of the much higher content of impurities (at around 22 to 25%) versus no more than about 1% impurities in the secondary mother liquor.

The product color had improved considerably after some operating changes to the flash system prior to the drying tower. Primary mother liquor having high impurities and high color is processed through this system. The mother liquor is fed into the flash system and the overhead vapor is fed to the drying tower. This overhead was supposed to be clean phenol, acetone, and water vapor but color bodies and heavies were found to be flowing overhead also. The bottoms from the drying tower are eventually used as the solvent for the adduct crystals from the primary system, thereby making the solution feed to the secondary system. Therefore color bodies that were carried over with the flash vapor into the drying tower would eventually end up in the secondary mother liquor and contribute color to the product in direct proportion to the amount of mother liquor left in the cake.

Three other sources of color bodies and impurities had been found and mitigated prior to the work with the crystallizers. One was the fresh phenol as it was brought in by tank truck. It was found to have high color and color body precursors with a vapor pressure very close to phenol, thereby preventing separation from phenol by distillation. A cation bed was installed to react the impurity with phenol to form a compound having a low vapor pressure which would allow separation of the impurity as a heavy by distilling off the phenol. The installation and startup of this bed was completed prior to the crystallizer work.

The second source of color bodies was from corrosion, iron and product decomposition that was a result of improper treatment of the steam boiler feed water, and which was resulting in about 30 ppm chlorides in the steam used to strip the residual phenol from the BPA prior to flaking. Chlorides were concentrating in the system causing stress cracking corrosion of the stainless steel drying tower and catalyzing decomposition of BPA at high temperatures. The decomposition products were reacting to color body precursors and color bodies.

The third source of impurities and color bodies was found to be the catalytic cracking system for recovering raw material value from the heavy impurities that were purged from the process. This purge was taken from the bottoms stream from the system mentioned earlier for flashing the primary mother liquor prior to the drying tower. The purpose of the flash system, in addition to supplying a clean stream of vapor to the drying tower, was to generate a stream containing concentrated impurities from which to draw the purge to the catalytic cracking system. It was found that the catalytic cracking system was causing increased losses in the form of heavies generated from polymerization of impurities. Color body precursors, color bodies, and impurities were being recycled to the system with the recovered raw material, causing an increase of impurity concentration throughout the process and tremendously increasing the color of all of the process streams. This operation was improved to reduce the recycling of impurities and color bodies to the main process streams. This operation was even shutdown completely for several months, which contributed to the reduction of the color of the process streams prior to the crystal size distribution improvement.

26

The combined effect of the improvements described above had reduced the product color to about 20 APHA from the earlier high of 40 to 50 APHA.

With the larger crystal size distribution and the improved shape, the deliquoring of the cake in both the primary and secondary centrifuges improved to the point that the cake colors were actually lower than the color of the phenol streams used for wash. For example, the phenol used to wash the cake in the primary centrifuge was eventually reduced to a color of about 20 APHA but the cake discharged from the unit had a color of 10 APHA, and the cake discharged from the secondary centrifuge had a color of 5 APHA even when it was washed with phenol with a color of 10 to 15 APHA.

It is believed that the BPA/phenol adduct crystals generated as described herein have an unprecedented combination of size and shape. These crystals form a cake with desirable deliquoring characteristics and wash efficiencies.

An unusual characteristic of the discoveries outlined herein is that the operational change (turbulence) that seems to have the major controlling influence on improving the crystal shape also has a very favorable effect on the heat transfer and, therefore, the production capacity of the crystallization system. The same parameter that causes the crystal to assume a favorable shape has a favorable impact on the system capacity.

To change the crystal shape from long and slender to short and stubby, it seems that relatively high turbulence is required. It is believed that the intensity of the turbulence, however, must be short of that required to generate spontaneous or secondary nucleation. It is difficult to predict the exact optimum turbulence for any given system because of the effects of boundary shapes, the characteristics of different agitators or pump impellers, process stream compositions and temperature, the degree of supersaturation, the viscosity of the crystallization medium, effects of crystal density, etc. The most efficient approach appears to be to empirically determine the relationship between the ratio of the crystal major axis to the minor axis relative to agitation or circulation. To make this determination, crystal size distribution data are taken for a given set of conditions and an average of the major-to-minor-axis-ratios is calculated for the data set. The agitator speed or circulation rate is then increased and the system resampled after reaching equilibrium. These steps are repeated as long as the ratio of the major-to-minor axis continues to decrease and secondary and/or spontaneous nucleation is not encountered. Crystallizer unit capacity will tend to increase with each increase in agitation or circulation.

In some systems additional steps can be taken to improve the crystal size distribution as well as to improve the shape of the crystals. These include retrofitting the flow conduits to allow the reactor effluent to go directly to the crystallization zone instead of removing the water of reaction and residual acetone prior to crystallization. This change has the positive effect of reducing the viscosity, which should increase heat transfer at lower velocities and allow optimization of turbulence at reduced power consumption (in addition to improving crystal growth and size distribution). An additional method of maximizing crystal size distribution is to install a system for partial or total reduction/destruction of fines.

Incorporation of these additional approaches will increase the crystal size distribution, however such approaches also may have some negative side effects. The increase in water concentration in the crystallization zone that will be experienced if the reactor effluent is used directly as the crystallization medium will also tend to increase the solubility of

BPA in the mother liquor and could have a deleterious effect on the recovery of BPA per process pass. The installation of a fines reduction and/or destruction system will tend to increase the overall heat load on the crystallizer cooling system, thereby negatively impacting crystallizer capacity.

Determination of which system or combination of systems would be optimum for any given process will require analysis of the strengths and weaknesses of the individual system.

After the improvements detailed above were made to the Indian process, samplings of the cake from the primary centrifuge showed crystals being produced with a color of 10–15 APHA, total phenol content of 30 to 33%, total impurities content of 0.13 to 0.27% from mother liquor with a color of 1500 APHA, residual bisphenol of 12 to 13% and total impurities concentration of 20 to 25% (a ratio of impurities/BPA of 1.67/1 to 1.92/1). The crystal quality described above was produced from the mother liquor described above and the crystals came from a cake that was washed with phenol having a color of 40 APHA (3 to 4 times the color of the resulting cake).

These data indicate that a small amount of impurities is within the crystal structure itself and that a system that produces crystals that form a cake with good characteristics can produce high purity product from a mother liquor with a seemingly excessively high impurity concentration. As such, with quality crystals and a good crystal processing system, closed loop operation in which the “reject” BPA stream from the secondary crystallization zone is recycled 100% to the primary crystallization zone is a viable concept. This closed loop operation is essentially the way the Indian process ran for about 3 months during a time period when the catalytic cracking system was totally shutdown. There was no detectable increase in the system of either the total mass of impurities or the average concentration of impurities during this entire time when the purge of heavy impurities from the system was zero.

After reaching equilibrium, small quantities of impurities may or may not be generated in the reaction zone of the process. In addition, a significant portion of this small quantity of impurities that may be formed in the reaction zone are very likely due to reaction of some of the decomposition products that were generated in a different area of the plant. In the Indian plant, it is believed that the catalytic decomposition section of the system was destroying raw material instead of recovering it. In addition, it is believed that this system was contaminating the main process with heavy impurities and color bodies (and maybe color body precursors) probably to a larger extent than any other single source.

An effective method of decolorizing process streams in the Indian plant included passing the stream through a “mixed” bed of cation and anion exchange resins. The bed was not actually mixed, since the anion resin was on bottom and the cation resin was on top. This treatment was found to be far more effective than treatment with either the cation or anion exchange resin alone. It worked very effectively to reduce the color of all of the process streams.

Lab reactions repeated several times indicated that maintaining contact of reaction mixtures with the catalyst after the acetone has been reacted to a very low level can result in a rapid increase in impurities formation, generally at the expense of BPA. Conditions that appear to enhance this phenomenon are relatively high concentrations of BPA and correspondingly low impurity concentrations, which tends to indicate equilibrium forces at work. This phenomenon was observed in reactions using all of the tested cation

exchange resin catalysts, regardless of whether the resin was promoted or not.

It appears that a close control of acetone concentration at the end of the reaction and limitation of contact of reaction products with the catalyst after completion of the reaction may be more desirable than pushing the reaction to zero residual acetone.

Different BPA producers seem to have set different limits for impurity and BPA concentrations for good, or acceptable, crystallizer performance. Some producers try to hold BPA concentrations at no more than 20% in the crystallizer feed while others, who formerly ran the concentration at around 30%, have now reduced the limit to about 25% in the crystallizer feed. As such, it is surprising that adduct crystals having the size of the ones grown in the modified Indian system could be grown from a feed liquor containing 29% BPA and 20% impurities (these figures are based on total stream composition).

At the Indian plant the adduct crystals that were being produced prior to the modifications exhibited a size distribution on the minor axis dimension of less than about 6 microns up to about 30 microns, with a cumulative mean of about 18 microns. After the modifications the system produced the short stubby crystals described previously with a major-to-minor axis ratio of 1.8 to 2.0. Of all of the 6 crystallizer units and two following surge pots sampled, the smallest particles found measured greater than 60 microns on the minor axis and the largest particles found had a minor axis of 460 microns. The smallest cumulative weight percent mean minor axis measured for any of the 8 units was about 190 microns and the largest was about 300 microns. The average mean of all 8 units sampled was about 240 microns. These crystals were produced from the feed described above containing about 29% BPA and 20% total impurities.

As described in the process description earlier, the purification zone of the process consisted of two crystallization zones each containing three sequential crystallizers and a surge pot receiver. The crystallizers were similar in shape to those shown in FIG. 2. The surge pot, M-203, from the first three sequential crystallizers, termed “section 200,” fed the first or primary solids/liquid separation system and the adduct crystals recovered from this zone were redissolved in “clean” phenol and then re-crystallized in the second three sequential crystallizers, termed “section 300.”

The “section 200” units included the first crystallizer, K-115, the second crystallizer, K-201, the third crystallizer, K-202, and the surge pot receiver, M-203. The “section 300” units included the first recrystallizer, K-208, the second recrystallizer, K-301, the third recrystallizer, K-302, and the surge pot receiver, M-303. The temperature profile in both starts at 55 to 60 degrees C. and drops in each succeeding unit to 40 to 43 degrees C. in the last units. The lower temperatures generally correspond to the 200 section and the higher temperatures correspond to the 300 section.

Intuition would tend to suggest that one would see crystal growth and increasing size distribution as the slurry progressed through the systems, but the samples did not support this in either the 200 section or the 300 section. In the first crystallizer of section 200, K-115, the mean width of the crystals was around 245 microns, the mean width of the second crystallizer, K-201, was about 300 microns but the mean width of the third crystallizer, K-202, dropped back to 220 microns. The mean width of the sampling of the receiver pot, M-203, which had no cooling, was back up to about 245 microns (i.e., essentially the same as the first unit, K-115). The mean width for the sampling of the first of the 300 section units, K-208, turned out to be the largest of the entire

300 section at about 265 microns, with the second unit, K-301, having the smallest at about 190 microns. The mean increased slightly to about 200 microns in the third crystallizer unit, K-302, ending at about 225 microns in the receiver pot M-303 (see the following table).

Unit	smallest particle width (microns)	largest particle width (microns)	cumulative wt. % mean width (microns)	average major-axis-to-minor-axis ratio
K-115	>80	~355	~245	2.3
K-201	>80	~460	~300	1.7
K-202	>60	~310	~220	1.8
M-203	>60	~335	~245	1.9
K-208	>80	~385	~265	2.0
K-301	>60	~250	~190	2.2
K-302	>80	~320	~215	2.0
K-303	>80	~320	~225	1.9

The above data do not seem to indicate any orderly progressive crystal growth as the slurry progresses through either the 200 system or the 300 system. The data also tend to indicate that impurity concentration in the feed, at least up to about 20% impurities, has little or no deleterious effect on crystal growth. These data indicate that the crystals grown from feed containing about 20% impurities and about 29% EPA (the feed to the 200 section) tended to be somewhat larger than crystals grown from feed having impurity concentration in the range of about 1-2% and a EPA concentration of about 35% (the feed to the 300 section).

The following three embodiments represent experiments conducted at the Indian plant. The Indian plant solidification system is directed to forming adduct crystals including bisphenol A and about 30 weight percent phenol. Although the embodiments have equivalent system characteristics, each embodiment is operated in a different manner as described below. Embodiment A is the gentlest of the embodiments, having the lowest circulation rate and the greatest difference in temperature (about 15° C.) between the cooling medium and the circulated stream. Embodiment B is characterized by a greatly increased circulation rate over Embodiment A such that a level of turbulence is achieved in the circulated stream. Embodiment B has a lower temperature difference (about 5° C.) between the cooling medium and the circulated stream than does embodiment A. Embodiment C has an increased level of controlled turbulence relative to embodiment B and has a lower temperature difference (about 3° C.) between the cooling medium and stream 34 (see FIG. 2) than does embodiment B. Embodiment C further includes fines system 31 to heat a portion of the circulated stream. Selected physical properties of the solids formed in each of these embodiments fell within the ranges summarized below.

	Embodiment A	Embodiment B	Embodiment C
Total Impurities in Cake (%)	unknown	0.4%-0.5%*	0.1%-0.2%
Mean Crystal Width (cumulative wt % basis, microns)	18	140	240
Mean Length to Width Ratio	3-5	2-3	1.8-2
Free Liquor Content of Solids Cake (%)	10%-11%	3%-6%	1%-1.5%

The above data illustrate the significant improvement in the physical properties of formed solids that may be observed when controlled turbulence is employed. The

optimum level of turbulence and exact physical properties of the formed solids for a particular system are dependent upon a number of factors as mentioned above and may vary among embodiments of the invention.

Another process that may be performed is described as follows. The adduct crystals from the primary crystallization zone are solubilized at 60 degrees by addition of water. The temperature of the mixture is brought to about 135 degrees C. and the mixture is immediately introduced into a flash chamber where most of the phenol and some of the water are removed as vapor essentially instantaneously at 100 to 110 degrees C. leaving a liquid phase consisting of water and some phenol in solution in BPA melt at 100 to 110 degrees C. The liquid phase passes downward through a distillation column wherein remaining phenol is stripped from the liquid by steam introduced at the bottom of the column.

BPA/water melt containing approximately 85% BPA and 15% water exits the bottom of the column at 100 to 110 degrees C. It is introduced to a secondary crystallization zone where the temperature is reduced to 94-98 degrees C. by addition of temperature controlled water to absorb the sensible heat and heat of crystallization or by addition of excess hot water with utilization of evaporative cooling to remove the heat (or a combination of both). Large rhombic crystals of high purity BPA may be recovered by filtration or centrifugation or the like. The crystals may be dried of the 1 to 2 percent residual moisture to yield the final product of BPA.

A collection of data relating to some of the above-mentioned systems follows.

CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION DATA						
Crys-	Actual	Actual	Cumulative	Cumula-		
No.	L/w	Length (L)	Width (w)	Sum of (w ²)(L)	weight %	K-115
40	#6	(4.8)	413	86.4	3,082,028	0.4%
	#27	(3.8)	403	106	4,578,108	1.6%
	#34	(4.3)	451	106	5,064,436	1.6%
	#2	(4.3)	499	115	6,599,275	2.4%
	#1	(3.5)	432	125	6,728,417	3.3%
	#25	(3.6)	518	144	10,749,542	4.7%
	#33	(3.1)	470	154	11,098,128	6.1%
	#14	(2.5)	403	163.2	10,738,925	7.4%
	#12	(3.1)	528	173	15,765,996	13%
	#16	(2.9)	509	173	15,192,687	89,551,542
	#18	(2.2)	384	173	11,466,179	101,017,721
	#24	(2.2)	394	182	13,094,978	114,112,699
	#10	(2.8)	518	182	17,171,482	131,284,180
	#5	(2.2)	413	192	15,217,459	146,501,639
	#23	(1.4)	288	202	11,705,057	158,206,697
	#7	(1.6)	317	202	12,875,563	171,082,260
	#29	(2.1)	422	202	17,167,417	188,249,677
	#3	(2.2)	460	211	20,479,660	208,729,337
	#4	(2.0)	451	221	21,997,191	230,726,528
	#9	(1.3)	288	221	14,040,760	244,767,288
	#15	(2.0)	432	221	21,061,140	265,828,428
	#26	(1.7)	394	230	20,893,925	286,722,354
	#19	(2.1)	490	230	25,990,004	312,712,359
	#35	(2.5)	624	250	38,875,500	351,587,659
	#22	(2.0)	499	250	31,087,780	382,675,439
	#32	(1.9)	499	259	33,538,572	416,214,011
	#17	(1.7)	432	259	29,013,764	445,237,776
	#31	(1.5)	384	259	25,798,902	471,036,697
	#13	(2.1)	538	259	36,118,462	507,155,140
	#20	(1.5)	413	278	31,994,708	539,149,848
	#21	(1.6)	470	288	39,016,858	578,166,705
	#28	(2.3)	672	298	59,516,191	637,682,896
	#11	(1.3)	394	298	34,859,488	672,542,379

-continued

CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION DATA					
Crystal No.	L/w	Actual Length (L)	Actual Width (w)	Cumulative Sum of (w ²)(L)	Cumulative weight %
#30	(1.5)	480	317	48,173,875	720,716,254 91%
#8	(1.5)	538	355	67,827,401	788,543,655 100%
<u>K-208</u>					
#5	2.5	192	76.8	1,132,462	0.1%
#38	4.3	412.8	96.0	4,936,827	0.5%
#9	2.7	288	105.6	8,148,418	0.8%
#16	1.8	201.6	115.2	10,823,860	
#18	1.9	220.8	115.2	13,754,106	
#45	2.3	268.8	115.2	17,321,361	1.8%
#34	3.8	480	124.8	24,797,380	
#30	1.7	211.2	124.8	28,086,829	
#13	1.7	211.2	124.8	31,376,277	3.2%
#31	3.8	508.8	134.4	40,566,915	
#43	2.1	288	134.4	45,769,163	4.7%
#26	1.7	249.6	144.0	50,944,868	
#22	2.3	326.4	144.0	57,713,099	
#11	2.8	403.2	144.0	66,073,854	
#8	1.3	192	144.0	70,055,166	7.2%
#17	2.0	307.2	153.6	77,302,923	
#40	1.9	288	153.6	84,097,696	8.6%
#4	3.1	508.8	163.2	97,649,197	
#1	2.0	326.4	163.2	106,342,613	11.0%
#27	1.7	288	172.8	114,942,247	11.8%
#32	1.8	336	182.4	126,120,886	13%
#6	2.4	489.6	201.6	146,019,484	
#7	1.4	288	201.6	157,724,540	16%
#24	1.7	355.2	211.2	173,568,393	
#19	2.3	489.6	211.2	195,407,217	20%
#20	2.0	451.2	220.8	217,404,408	
#3	2.2	480	220.8	238,815,019	
#2	2.0	441.6	220.8	258,512,781	26.6%
#46	2.0	489.6	240.0	286,713,741	
#39	1.6	384.0	240.0	308,832,141	
#10	1.9	460.8	240.0	335,374,221	34.5%
#25	1.4	345.6	249.6	356,905,156	
#33	1.5	364.8	249.6	379,632,255	39%
#36	2.1	537.6	259.2	415,750,717	
#23	1.9	489.6	259.2	448,644,317	46%
#12	1.7	460.8	268.8	481,933,702	
#15	1.8	470.4	268.8	515,926,720	
#21	1.5	393.6	268.8	544,365,674	
#28	1.9	499.2	268.8	580,434,592	
#35	1.7	460.8	268.8	613,728,977	63%
#37	1.7	528	307.2	663,557,308	
#42	1.4	432	307.2	704,325,943	72.6%
#29	1.6	499.2	316.8	754,426,773	
#14	1.6	499.2	316.8	804,527,604	82.7%
#41	1.9	672.0	345.6	884,790,853	
#44	1.6	595.2	384.0	972,556,665	100%
<u>K-301</u>					

-continued

CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION DATA					
Crystal No.	L/w	Actual Length (L)	Actual Width (w)	Cumulative Sum of (w ²)(L)	Cumulative weight %
#25	2.2	355.2	163.2	123,249,033	
#42	3.3	537.6	163.2	137,567,601	31.6%
#22	1.7	288	172.8	146,167,234	
10 #21	2.7	460.3	172.8	159,926,649	
#14	1.9	336	172.8	169,959,555	
#13	1.9	326.4	172.8	179,705,807	41%
#12	1.8	326.4	182.4	190,565,056	
#36	1.8	326.4	182.4	201,424,906	
#37	1.9	355.2	182.4	213,241,725	49%
#26	1.6	307.2	192	224,566,346	51.6%
#28	1.7	345.6	201.6	238,612,414	55%
#29	1.2	259.2	211.2	250,174,144	
#23	2.0	412.8	211.2	268,587,270	
#17	1.8	384	211.2	285,715,759	65.7%
#5	2.0	441.6	220.8	307,244,925	70.7%
#41	1.8	403.2	230.4	328,648,458	
20 #1	2.1	480	230.4	354,128,855	81%
#34	2.2	518.4	240.0	383,988,695	
#10	1.6	384	240.0	406,107,095	93%
#38	1.8	460.8	249.6	434,815,008	100%
<u>K-302</u>					
25 #3	2.4	182.4	76.8	1,075,839	0.2%
#5	4.3	374.4	86.4	2,794,881	3,870,720
#24	2.8	240	86.4	1,791,590	5,662,310
#1	2.3	259	115.2	3,439,854	9,102,164
#32	2.7	307	115.2	4,076,863	13,179,027
#18	2.3	288	124.8	4,485,612	17,664,639
30 #23	3.3	442	134.4	7,976,779	25,641,419
#37	2.9	384	134.4	6,936,330	32,577,749
#31	2.1	307	144	6,370,099	38,947,848
#2	2.4	346	144	7,166,362	46,114,210
#12	1.3	202	153.6	4,756,341	50,870,551
#8	1.9	317	163.2	8,437,727	59,308,278
#13	1.8	288	163.2	7,670,661	66,978,939
#22	1.2	355	163.2	9,460,482	76,439,421
#39	1.9	336	172.8	10,032,906	86,472,327
#19	1.7	298	172.8	8,886,288	95,358,615
#11	1.6	269	172.8	8,026,325	103,384,940
#10	1.5	259	172.8	7,939,671	111,124,611
#25	1.5	269	182.4	8,942,911	120,067,522
#26	2.1	384	182.4	12,775,587	132,843,109
#27	1.7	317	182.4	10,539,860	143,382,969
#28	2.2	403	182.4	13,414,367	156,797,336
#30	2.1	384	182.4	12,775,587	169,572,923
#33	1.5	269	182.4	8,942,911	178,515,834
#35	1.7	317	192	11,685,888	190,201,721
#9	2.1	394	192	14,518,831	204,720,553
#6	2.4	461	192	16,997,656	221,718,209
#4	2.3	461	201.6	18,736,220	240,454,429
#17	1.4	288	201.6	11,705,057	252,159,486
#16	1.7	384	220.8	18,721,014	270,880,500
#9	3.9	259.2	67.2	1,170,506	0.27%
#4	3.4	355.2	105.6	3,960,963	
#19	3.0	310.8	105.6	5,131,469	
#31	2.0	211.2	105.6	8,664,220	
#20	2.8	316.8	115.2	11,019,387	2.5%
#18	3.3	384.0	115.2	15,223,652	
#3	2.1	240	115.2	20,319,732	
#30	3.2	403.2	124.8	23,504,781	5.4%
#40	3.4	460.8	134.4	29,784,637	6.8%
#35	1.8	240	134.4	38,108,234	
#32	2.6	345.6	134.4	42,443,440	
#27	2.8	374.4	134.4	48,686,137	
#24	1.4	192.0	134.4	55,449,059	
#8	2.5	336	134.4	58,917,224	
#7	2.6	345.6	134.4	64,986,513	
#6	1.6	211.2	134.4	71,228,211	
#15	2.9	393.6	134.4	75,044,192	
#16	2.6	374.4	144.0	82,153,931	19%
#33	1.6	230.4	144.0	89,917,489	
#39	1.5	211.2	144.0	94,695,063	
#11	2.5	374.4	153.6	99,074,506	22.8%
#2	1.4	220.8	163.2	107,907,711	25%
				113,788,551	
60 #27	2.5	259	106	2,888,202	11,946,977
#07	1.8	230	125	3,582,259	15,529,236
#15	2.3	307	134	5,545,452	21,074,688
#05	1.9	269	144	5,577,984	26,652,672
#12	1.6	230	144	4,769,280	31,421,952
#08	1.4	230	163	6,125,875	37,547,827
#11	1.8	288	163	7,670,661	45,218,488
#13	1.4	221	163	5,886,167	51,104,655
					10%

-continued

CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION DATA					
Crystal No.	L/w	Actual Length (L)	Actual Width (w)	Cumulative Sum of (w ²)(L)	Cumulative weight %
#24	2.1	355	173	10,600,243	61,704,898
#16	2.0	365	182	12,143,462	73,848,361
#06	1.4	250	182	8,317,440	82,165,801
#26	2.0	374	192	13,787,136	95,952,937
#19	2.4	480	202	19,508,429	115,461,365
#23	1.5	307	202	12,477,266	127,938,631
#30	1.6	336	211	14,987,428	142,926,059
#28	1.6	346	211	15,433,482	158,359,541
#02	1.7	384	221	18,721,014	177,088,555
#03	1.9	413	221	20,134,840	197,215,396
#25	1.6	355	221	17,307,187	214,522,583
#01	3.0	720	240	41,472,000	255,994,583
#19	2.4	586	240	33,753,600	289,748,183
#29	1.5	374	250	23,300,260	313,048,443
#17	1.6	394	250	24,564,263	337,594,706
#04	1.4	403	288	33,426,432	371,021,138
#10	1.8	528	288	43,794,432	414,815,570
#20	1.5	442	288	36,661,248	451,476,818
#21	1.3	432	326	46,023,967	497,500,785
K-201					
#	1.67	124.5	57.6	414,056	414,056
#	2.43	163.2	67.2	736,785	1,156,841
#	3.18	336.0	105.6	3,746,856	4,863,697
#	1.91	201.6	105.6	2,248,114	7,111,811
#	2.55	268.8	105.6	2,997,485	10,109,299
#	1.64	172.8	105.6	1,926,955	12,036,254
#	1.67	192.0	115.2	2,548,039	14,584,293
#	1.70	326.4	115.2	4,331,667	18,915,960
#	1.93	259.2	134.4	4,682,022	23,597,932
#	3.33	480.0	144.0	9,953,280	33,551,262
#	1.87	268.5	144.0	5,573,836	39,125,098
#	2.00	288.0	144.0	5,971,968	45,097,066
#	1.73	249.6	144.0	5,175,705	50,272,721
#	2.13	307.2	144.2	6,370,099	56,642,820
#	1.76	288.0	163.2	7,670,661	64,313,531
#	2.35	384.0	163.2	10,227,548	74,541,079
#	1.50	259.2	172.8	7,739,670	82,280,749
#	2.00	345.6	172.8	10,319,560	92,600,309
#	2.78	480.0	172.8	14,332,723	106,933,032
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	119,319,336
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	131,705,640
#	1.75	336.0	192.0	12,386,304	144,091,944
#	1.52	307.2	201.6	12,495,394	156,577,338
#	1.90	384.0	201.6	15,606,743	172,184,081
#	1.45	307.2	211.2	13,702,791	185,886,872
#	2.14	451.2	211.2	20,125,974	206,012,846
#	1.67	384.0	230.4	20,384,317	226,327,163
#	1.72	480.0	278.4	37,203,148	263,530,311
#	1.70	489.6	288.0	40,609,381	304,134,692
#	1.50	432.0	288.0	35,831,808	339,971,500
#	1.33	384.0	288.0	31,850,496	371,821,996
#	1.34	451.2	336.0	50,938,625	422,760,621
#	1.19	480	403	78,033,715	500,794,350
#	1.33	537.6	403.2	87,397,761	588,192,091
#	1.21	556.8	460.5	118,229,041	706,421,138
K-202					
#33	1.50	288	76.8	7,166,361	7,166,361
#34	2.50	192.0	76.8	1,585,446	8,751,807
#6	2.80	268.8	96.0	2,477,260	11,229,067
#12	1.67	172.8	105.6	1,926,955	13,156,022
#30	1.73	182.4	105.6	2,034,008	26,419,097
#45	2.50	288.0	115.2	3,822,059	30,241,156
#21	3.42	393.6	115.2	5,223,481	35,464,637
#35	1.54	192.0	124.8	2,990,407	38,455,044
#11	2.05	278.4	134.4	5,028,839	43,483,883
#2	1.80	259.2	144.0	5,374,771	48,858,654
#9	2.00	288.0	144.0	5,971,968	54,830,622
#32	2.40	345.6	144.0	7,166,361	61,996,983
#44	1.94	297.6	144.0	6,171,033	68,168,016
#7	2.00	307.2	153.6	7,243,038	75,411,054
#36	2.19	336.0	153.6	7,927,234	83,338,288
#43	1.94	297.6	153.6	7,021,269	90,359,557

-continued

CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION DATA					
Crystal No.	L/w	Actual Length (L)	Actual Width (w)	Cumulative Sum of (w ²)(L)	Cumulative weight %
#47	3.14	480.0	153.6	11,324,620	101,684,177
#5	1.94	316.8	163.2	8,437,727	110,121,904
#20	1.71	278.4	163.2	7,414,972	117,536,876
#28	2.10	345.6	163.2	9,204,793	126,741,669
#46	2.12	345.6	163.2	9,204,793	135,946,462
#27	2.06	355.2	172.8	10,606,215	146,552,677
#31	2.06	355.2	172.8	10,606,215	157,158,892
#19	1.84	336.0	182.4	11,178,639	168,337,531
#1	1.85	355.2	192.0	13,094,092	181,431,623
#3	1.75	336.0	192.0	12,386,304	193,817,927
#10	2.15	412.8	192.0	15,217,459	209,035,381
#14	1.80	345.1	192.0	12,740,198	221,775,584
#15	1.75	336.0	192.0	12,386,304	234,161,884
#48	1.46	280.0	192.0	10,321,920	234,172,209
#24	1.90	384.0	201.6	15,606,743	249,778,952
#25	1.71	345.6	201.6	14,046,068	263,825,020
#29	1.43	288.0	201.6	11,705,057	275,530,079
#39	1.52	307.2	201.6	12,485,394	288,015,473
#23	1.82	384.0	211.2	17,128,488	305,143,961
#41	1.45	307.2	211.2	13,702,291	318,846,752
#13	1.73	384.0	220.8	18,721,013	337,567,765
M-203					
#49	1.61	355.2	220.8	17,316,937	354,884,702
#4	1.76	422.4	240.0	24,330,240	379,214,942
#8	1.60	384.0	240.0	22,118,200	401,333,342
#12	1.53	384.0	249.6	23,923,261	425,256,603
#18	1.62	422.4	259.2	28,378,791	453,635,394
#26	1.59	412.8	259.2	27,733,819	481,369,213
#22	1.74	374.4	268.8	27,051,687	509,420,900
#42	1.68	451.2	268.8	32,600,752	541,021,652
#50	1.36	364.8	268.8	26,358,054	567,379,206
#17	1.83	528.0	288.0	43,794,432	611,174,138
#37	1.47	422.4	288.0	35,035,565	646,209,683
#38	1.17	336.0	288.0	27,469,184	674,078,867
#40	1.31	403.2	307.2	78,050,725	712,129,592
M-203					
#35	2.14	144	67.2	650,280	650,280
#22	2.38	182.4	76.8	1,075,838	1,726,118
#30	1.78	153.6	86.4	1,146,617	2,872,735
#32	2.50	240.0	96.0	2,211,840	5,084,575
#29	2.50	240.0	96.0	2,211,840	7,296,415
#18	1.50	144.0	96.0	1,327,104	8,623,519
#4	2.00	192.0	96.0	1,769,472	10,392,991
#27	1.82	192.0	105.6	2,141,061	12,534,052
#33	3.00	316.8	105.6	3,532,570	16,066,802
#21	2.77	345.6	124.8	5,382,733	21,449,535
#28	2.00	249.0	124.8	3,887,529	25,337,064
#11	2.57	345.6	134.4	6,242,697	31,579,761
#16	1.53	220.8	144.0	4,578,508	36,158,269
#5	2.06	316.8	153.6	7,474,249	43,632,519
#17	1.50	230.4	153.6	5,435,817	49,068,335
#31	1.56	240.0	153.6	5,662,310	54,730,645
#3	3.12	508.8	163.2	13,551,501	68,282,146
#6	2.47	393.6	163.2	10,483,236	78,765,382
#9	1.56	268.8	172.8	8,026,324	86,291,706
#10	1.50	259.2	172.8	7,739,670	94,531,376
#19	1.83	316.8	172.8	9,459,597	103,990,973
#23	2.33	403.2	172.8	12,039,487	116,030,460
#26	2.28	393.6	172.8	11,752,833	127,783,293
#24	2.20	422.4	192.0	15,571,353	143,354,946
#15	1.43	288.0	201.6	11,705,057	155,059,703
#25	1.95	412.8	211.2	18,413,125	173,422,828
#20	1.61	355.2	220.8	17,316,937	190,789,765
#14	1.71	393.6	230.4	20,893,925	211,683,690
#34	1.71	393.6	230.4	20,893,925	232,577,615
#7	1.70	441.6	259.2	29,668,737	262,246,352
#2	1.93	537.6	278.4	41,667,526	303,913,878
#8	1.72	480.0	278.4	37,203,148	341,117,026
#12	1.33	384.0	288.0	31,850,496	372,917,522
#1	1.51	480.8	316.8	48,173,875	421,141,394
#13	1.57	528.0	336.0	59,619,088	480,750,485

Lab Experiments

150 grams of an adduct solid containing approximately 30 weight percent phenol and 70 weight percent bisphenol A were charged to a 2 liter, 5 neck glass pot. The glass pot included a heating mantle, a steam generator, a sparger, and an overhead condenser and receiver. 150 grams of water were added to the adduct solid, and the temperature of the mixture was slowly increased. The mixture was completely liquefied to form an adduct solution when its temperature reached 60° C. The heating of the solution was continued slowly, and steam sparging was performed on the solution when its temperature approached 100° C. The condensate received in the overhead receiver was observed to appear milky, indicating a significant presence of phenol in the overhead receiver. Sparging was continued until the condensate collected in the overhead receiver ceased to appear milky. A sample was taken from the solution in the glass pot and analyzed to reveal a residual phenol content of about 5 weight percent. Steam sparging was continued until a sample of the solution in the glass pot was analyzed to reveal a residual phenol content of less than 1 weight percent. At this time, about 400 grams of condensate had been collected in the overhead receiver and the water content of the solution in the glass pot exceeded about 20 weight percent.

About 200 grams of water at a temperature of about 100° C. was added to the solution in the glass pot, and the mixture was agitated and slowly cooled. A dense cloud of crystals was observed when the temperature of the agitated solution reached a temperature of about 98° C. The level of agitation was increased and a portion of the agitated solution spilled through a large outlet on the side of the glass pot into a vacuum filter. Crystals were recovered in the filter and washed with water at a temperature of about 100° C. in the filter. The washed crystals were large, well-shaped rhombic crystals having an average length of 2 to 3 millimeters and a width of 1 to 1.5 millimeters, with some crystals being 4 to 5 millimeters long and about 3 millimeters wide. The crystals were partially dried overnight in an oven at a temperature of about 100° C. and analyzed by vapor pressure chromatography. The analysis indicated a content of impurities of about 175 ppm, with non-detectable levels of phenol and the o,p isomer of bisphenol A. A subsequent analysis of the sample by a different method yielded the following concentrations of impurities:

Impurity	Concentration (ppm)
phenol	non-detectable
o,p isomer of bisphenol A	61
trisphenol 2	9
spirobiindane	90
isopropenyl phenol trimer	240
unknown impurities	49
Total	449

The trisphenol 2, spirobiindane, and isopropenylphenol trimer are suspected of being contaminants from the Indian plant phenol which at the time was severely back-contaminated with impurities from the catalytic cracking system.

It is expected that incorporation of a low temperature process such as the one described above to result in improved purity of product. The product is expected to have improved performance in producing high clarity polycarbonate resins compared to BPA produced in many other systems. It is further expected that the process described herein will not be significantly impacted by thermal and

catalytic decomposition of the BPA product. It is expected that the BPA product will have a much lower rate of formation of impurities and color throughout the entire process. The rate of formation of impurities in the process may be so low as to increase the useful operational time of any given reactor bed between replacement or cleanup of the bed. The incorporation of a catalytic cracking system may become obsolete because the rate of formation of impurities may be so low that the reactor beds can absorb the impurities formed over a one to two year period at which time the beds may be washed with a wet phenol solution to release the heavy impurities for purge before re-commissioning the reactor.

Further modifications and alternative embodiments of various aspects of the invention will be apparent to those skilled in the art in view of this description. Accordingly, this description is to be construed as illustrative only and is for the purpose of teaching those skilled in the art the general manner of carrying out the invention. It is to be understood that the forms of the invention shown and described herein are to be taken as the presently preferred embodiments. Elements and materials may be substituted for those illustrated and described herein, parts and processes may be reversed, and certain features of the invention may be utilized independently, all as would be apparent to one skilled in the art after having the benefit of this description of the invention. Changes may be made in the elements and compositions described herein or in the features or in the sequence of features of the methods described herein without departing from the spirit and scope of the invention as described in the following claims.

I claim:

1. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:
 - a) removing heat from the stream such that solids comprising bisphenol A are formed in the stream;
 - b) creating and controlling turbulence in the stream to a selected degree to cause the solids formed in the stream to have a mean width exceeding about 160 microns and a mean length to width ratio of less than about 5:1; and wherein the turbulence is controlled to a level below that at which a specified level of secondary nucleation would occur.
2. The method of claim 1 wherein the stream is pumped through a solidification chamber.
3. The method of claim 1, further comprising creating and controlling the turbulence in the stream using an agitator.
4. The method of claim 1, further comprising controlling the level of turbulence in the stream to control a fouling rate on a cooling surface in a solidification chamber.
5. The method of claim 1, further comprising recovering at least a portion of the solids formed in the stream, and wherein the recovered solids are crystals comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 5:1, as calculated on a cumulative weight basis.
6. The method of claim 1, further comprising removing a portion of the stream and heating the stream portion to a temperature above a cloud point to melt at least some of any fines present in the stream, and returning the stream portion to a solidification chamber.
7. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a conduit loop.
8. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a conduit loop, and further comprising circulating the stream

through the conduit loop and removing heat from the stream as it passes through a shell and tube heat exchanger.

9. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a vessel, and further comprising removing heat from the stream by contacting the stream in the vessel with a cooling surface in the vessel.

10. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a vessel, and further comprising removing heat from the stream in the vessel by cooling a surface located on the exterior of the vessel.

11. The method of claim 1, further comprising creating and controlling the turbulence to reduce a presence of fines in the stream.

12. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber, and wherein the stream is pumped through the solidification chamber with a pump having an impeller turning at a speed, and further comprising varying the level of turbulence of the stream by varying the speed of the impeller.

13. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a slurry overflow conduit such that the rate at which the stream is introduced into the solidification chamber controls the rate that the stream exits the solidification chamber through the slurry overflow conduit.

14. The method of claim 1 wherein the solids are recovered as crystals comprising bisphenol A, the crystals having a mean crystal width exceeding about 180 microns.

15. The method of claim 1, further comprising recovering at least a portion of the solids in the stream, and wherein the recovered solids comprise crystals comprising bisphenol A in a cake, the cake having a free liquor content of less than about 6 weight percent.

16. The method of claim 1, further comprising recovering at least a portion of the solids formed in the stream, and wherein the recovered solids are crystals comprising bisphenol A and at least about 25 weight percent phenol.

17. The method of claim 1, further comprising contacting the stream with a cooling surface while the stream has a velocity exceeding about 6 feet per second.

18. The method of claim 1, further comprising sensing the temperature of the stream within a solidification zone and varying the amount of heat removed from the stream as a function of the stream temperature within the solidification zone.

19. The method of claim 1, further comprising sensing the temperature of the stream within a solidification zone and sending a signal from a temperature sensor to an automatic controller, and using the automatic controller to control the heat removed from the stream such that the temperature of the stream within the solidification zone is maintained at less than about 55° C.

20. The method of claim 1, further comprising monitoring fouling that occurs on a cooling surface and adjusting the level of turbulence as a function of the fouling.

21. The method of claim 1, further comprising monitoring differential pressure across a portion of a solidification chamber, and adjusting the level of turbulence as a function of the differential pressure.

22. The method of claim 1, further comprising recovering at least a portion of the solids in the stream using a screen bowl centrifuge, and washing the recovered solids with phenol.

23. The method of claim 1, further comprising overflowing a portion of the stream to a conduit, the conduit having

a slurry overflow, and wherein a top of the slurry overflow is located at a lower elevation than a top of a solidification chamber.

24. The method of claim 1 wherein the stream comprises bisphenol A, phenol, at least about 1 weight percent acetone, and at least about 1 weight percent water.

25. The method of claim 1 wherein the stream comprises bisphenol A, phenol, at least about 1 weight percent acetone, and at least about 1 weight percent water, and wherein a temperature within a solidification chamber is less than about 50° C.

26. The method of claim 1 wherein the stream comprises bisphenol A, phenol, at least about 1 weight percent acetone, and at least about 1 weight percent water, and wherein the stream is an effluent produced from the reaction of phenol and acetone in a reactor upstream of a solidification chamber, and wherein substantially all of the water and acetone present in the effluent leaving the reactor is present when the effluent is introduced into the solidification chamber.

27. The method of claim 1, further comprising controlling the turbulence by adjusting a size of an impeller in a pump that is pumping the stream during use.

28. The method of claim 1, further comprising controlling the level of turbulence by adjusting a stroke length in a pump that is pumping the stream during use.

29. The method of claim 1 wherein the stream comprises at least 20 weight percent bisphenol A when it is introduced into a solidification chamber.

30. The method of claim 1 wherein the stream comprises at least 5 weight percent impurities when it is introduced into a solidification chamber.

31. The method of claim 1 wherein the turbulence is creating and controlling with a pump and an agitator.

32. The method of claim 1, further comprising controlling the level of turbulence to substantially inhibit a presence of solids having a width of less than about 60 microns.

33. The method of claim 1, further comprising controlling the level of turbulence by adjusting the speed of a blade on an agitator that is agitating the stream.

34. The method of claim 1, further comprising mixing the solids with water, the water being at a temperature less than about 150° C., thereby reducing the melting point of the solids and forming a solution, and further comprising introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams.

35. The method of claim 1, further comprising:
mixing the solids with water, the water being at a temperature less than about 150° C., thereby reducing the melting point of the solids and forming a solution;
introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams;

separating sufficient phenol from the solution in the column such that the bottoms stream contains less than about one weight percent phenol;
forming solids in at least a portion of the bottoms stream and recovering a solid product from such solids, the solid product comprising at least about 99 weight percent bisphenol A; and
inhibiting decomposition of bisphenol A by substantially avoiding exposure of the bisphenol A to a temperature

39

above about 150° C. at any time where the number of moles of phenol present is less than the number of moles of bisphenol A present.

36. The method of claim 1, further comprising separating the solids from a liquid, melting at least a portion of the solids, and then mixing water with a second solids melt to form a solution, the water being at a temperature less than about 150° C., and further comprising introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams.

37. The method of claim 1, further comprising:

separating the solids from a liquid, melting at least a portion of the solids, and then mixing water with melted solids to form a solution, the water being at a temperature less than about 150° C.;

introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams;

separating sufficient phenol from the solution in the column such that the bottoms stream contains less than about one weight percent phenol;

forming solids in at least a portion of the bottoms stream and recovering a solid product from such solids, the solid product comprising at least about 99 weight percent bisphenol A; and

inhibiting decomposition of bisphenol A by substantially avoiding exposure of the bisphenol A to a temperature above about 150° C. at any time where the number of moles of phenol present is less than the number of bisphenol A present.

38. The method of claim 1, further comprising introducing the stream into a solidification chamber comprising a conduit loop, and further comprising circulating the stream through the conduit loop and removing heat from the stream as it passes through a shell and tube heat exchanger, and wherein a controlled level of turbulence is achieved only within tubes of the shell and tube heat exchanger.

39. The method of claim 1, further comprising separating the solids from a liquid, heating the solids to a temperature less than about 150° C. to form a melt, and further comprising introducing the melt into a separation column, adding superheated steam to the column, and reducing the phenol content in a bottoms stream of the column to less than 1 weight percent.

40. The method of claim 1, further comprising monitoring a temperature difference between a temperature of a cooling medium and the stream temperature, and adjusting the level of turbulence as a function of the temperature difference, wherein adjusting the level of turbulence comprises increasing the level of turbulence when the temperature difference increases.

41. A collection of solids formed by the method of claim 1, the collection comprising solids that comprise bisphenol A and phenol, the solids having a mean width exceeding about 160 microns and a mean length to width ratio of less than about 5:1.

42. The collection of solids of claim 41 wherein the mean width of the solids is greater than about 180 microns and the mean length to width ratio of the solids is less than about 3:1.

43. The collection of solids of claim 41 wherein the mean width of the solids is greater than about 200 microns and the

40

mean length to width ratio of the solids is between about 1.8:1 and about 2:1.

44. The collection of solids of claim 41 wherein the solids comprise at least 25 percent phenol and at least 55 percent bisphenol A.

45. The method of claim 1 wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 5:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 160 microns.

46. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:

- a) removing heat from the stream such that solids comprising bisphenol A are formed in the stream;
- b) creating and controlling turbulence in the stream to a selected degree to cause the solids formed in the stream to have a mean width exceeding about 160 microns and a mean length to width ratio less than about 5:1;
- c) separating at least a portion of the solids from a liquid;
- d) mixing the separated solids with water, the water being at a temperature less than about 150° C., thereby reducing the melting point of the separated solids and forming a solution; and
- e) introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams.

47. The method of claim 46, further comprising:

separating sufficient phenol from the solution in the column such that the bottoms stream contains less than about one weight percent phenol;

forming solids in at least a portion of the bottoms stream and recovering a solid product from such solids, the solid product comprising at least about 99 weight percent bisphenol A; and

inhibiting decomposition of bisphenol A by substantially avoiding exposure of the bisphenol A to a temperature above about 150° C. at any time where the number of moles of phenol present is less than the number of moles of bisphenol A present.

48. The method of claim 46 wherein the level of turbulence is controlled to inhibit inducing substantial secondary nucleation above a selected level.

49. The method of claim 46 wherein the level of turbulence is controlled to inhibit a presence of fines above a selected level.

50. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:

- a) removing heat from the stream such that solids comprising bisphenol A are formed in the stream;
- b) creating and controlling turbulence in the stream to a selected degree to cause the solids formed in the stream to have a mean width exceeding about 160 microns and a mean length to width ratio of less than about 5:1;
- c) separating at least a portion of the solids in the stream from a liquid;
- d) melting at least a portion of the solids and mixing water with melted solids to form a solution, the water being at a temperature less than about 150° C.; and
- e) introducing the solution into a separation column wherein an overhead stream exits the column near the

41

top of the column, a bottoms stream exits the column near the bottom of the column, and a feed stream enters the column between the exiting points of the overhead and bottoms streams.

- 51.** The method of claim **50**, further comprising:
 separating sufficient phenol from the solution in the column such that the bottoms stream contains less than about one weight percent phenol;
 forming solids in at least a portion of the bottoms stream and recovering a solid product from such solids, the solid product comprising at least about 99 weight percent bisphenol A; and
 inhibiting decomposition of bisphenol A by substantially avoiding exposure of the bisphenol A to a temperature above about 150° C. at any time where the number of moles of phenol present is less than the number of moles of bisphenol A present;
 and wherein the level of turbulence is controlled to inhibit inducing substantial secondary nucleation above a specified level.

52. The method of claim **50** wherein the level of turbulence is controlled to inhibit a presence of fines above a selected level.

53. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:

- removing heat from the stream such that first solids comprising bisphenol A are formed in the stream, the first solids having a mean length to width ratio greater than about 5:1;
- creating a level of turbulence in the stream;
- controlling the level of turbulence of the stream to: (i) break at least some of the first solids into fragments, and (ii) initiate formation of second solids from such fragments, the second solids comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 5:1; and
- forming second solids comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 5:1.

54. The method of claim **53** wherein the first solids have a length to width ratio of greater than about 3:1, and wherein the level of turbulence is controlled to initiate the formation of second solids comprising bisphenol A and having a length to width ratio of less than about 3:1, and further comprising recovering at least some solids formed in the stream, and wherein the solids recovered are crystals comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 3:1.

55. The method of claim **53**, wherein the first solids have a length to width ratio of greater than about 2.5:1 and the second solids have a length to width ratio of less than about 2.5:1, and further comprising recovering at least a portion of the solids formed in the stream, the recovered solids comprising bisphenol A crystals having a mean length to width ratio of less than about 2.5:1.

56. The method of claim **53** wherein the first solids have a length to width ratio of greater than about 2:1, and wherein the level of turbulence is adjusted to form second solids having a length to width ratio of between about 2:1 and about 1.8:1, and further comprising recovering at least a portion of the solids formed in the stream, the recovered portion comprising bisphenol A crystals having a mean length to width ratio of between about 2:1 and about 1.8:1.

57. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:

42

- introducing the stream into a solidification chamber;
- removing heat from the stream such that first solids comprising bisphenol A are formed in the stream, the first solids having a mean length to width ratio greater than about 5:1;
- creating a level of turbulence in the stream;
- controlling the level of turbulence of the stream to: (i) break at least some of the first solids into fragments, (ii) initiate formation of second solids from such fragments, the second solids comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 5:1, and (iii) inhibit a presence of fines above a selected level; and
- forming second solids comprising bisphenol A and having a mean length to width ratio of less than about 5:1.

58. A method of forming solids comprising bisphenol A in a stream comprising bisphenol A and phenol, the method comprising:

- removing heat from the stream such that solids comprising bisphenol A are formed in the stream;
- creating and controlling turbulence in the stream to a selected degree to reduce the mean length to width ratio of the solids and to increase the mean size of the solids;
- recovering at least a portion of the solids formed in the stream;

and wherein the turbulence is promoted to a level below that at which a selected level of secondary nucleation would occur.

59. The method of claim **58** wherein the turbulence is created and controlled to substantially inhibit the presence of solids having a width of less than about 60 microns.

60. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 3:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 200 microns.

61. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the solids formed in the stream have a mean length to width ratio less than about 5:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the solids formed in the stream have a mean width exceeding about 160 microns.

62. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 4:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 180 microns.

63. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 3:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 180 microns.

64. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 2:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 180 microns.

65. The method of claim **58**, further comprising using a pump to create and control turbulence of the stream in a solidification system, and wherein the pump is located within a zone of the solidification system where the formation and growth of the solids is inhibited.

43

66. The method of claim **58**, further comprising using an agitator comprising a blade to create and control the turbulence.

67. The method of claim **58**, further comprising using a static device within a solidification chamber to create and control the turbulence.

68. The method of claim **58** wherein the turbulence is created and controlled by passing the stream through a portion of a solidification system at a velocity of greater than about 5 feet per second.

69. The method of claim **58** wherein the turbulence is created and controlled by operating a motor of a pump at greater than about 150 revolutions per minute.

70. The method of claim **58**, further comprising increasing a supersaturation level of bisphenol A as the turbulence is increased.

44

71. The method of claim **58** wherein the degree to which turbulence is created and controlled is sufficient such that any increase in turbulence would induce secondary nucleation.

72. The method of claim **58** wherein a sufficient level of turbulence is created and controlled such that the recovered solids have a mean length to width ratio less than about 3:1 as measured on a cumulative width basis, and such that the recovered solids have a mean width exceeding about 220 microns.

73. The method of claim **37** wherein the level of turbulence located is a maximum level of turbulence that occurs without the presence of the selected amount of secondary nucleation.

74. The method of claim **37** wherein the level of turbulence is located such that substantially no second nucleation occurs.

* * * * *